

Darstellung der kunststofftechnischen
Verarbeitung und funktionellen
Leistungsfähigkeit weichmagnetisch hoch
gefüllter Thermoplaste

Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik
der Technischen Universität Clausthal

**Darstellung der kunststofftechnischen Verarbeitung und
funktionellen Leistungsfähigkeit weichmagnetisch hoch gefüllter
Thermoplaste**

Vorgelegt von Dipl.-Ing. Michael Bosse aus Braunschweig

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät
für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen
der Technischen Universität Clausthal
zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Tag der mündlichen Prüfung:
11. Februar 2005

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. R. Scholz, TU Clausthal
Referent: Prof. Dr.-Ing. G. Ziegmann, TU Clausthal
Koreferent: Prof. Dr.-Ing. D. Peier, Universität Dortmund

Vielen Dank:

den Kollegen aus dem Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik,

Herrn Professor Peier für die Übernahme des Koreferates und
Herrn Radu Cernat
vom Lehrstuhl für Hochspannungstechnik und EMV der Uni Dortmund,

Herrn Dr. Clemens Teichert von Malvern Instruments,
Herrn Dr. Frank Clemens von der EMPA in Dübendorf,
Herrn Professor Wolter vom Institut für Nichtmetallische Anorganische Werkstoffe,
Herrn Dr. Drache vom Institut für Technische Chemie,
Herrn Dominic Wäsch vom Institut für Mathematik,
Frau Münster vom Institut für Mechanische Verfahrenstechnik sowie
Herrn Dr.-Ing. Guido Maiwald
für den fachübergreifenden wissenschaftlichen Austausch an der TU Clausthal,

Ralf-Peter für's Korrekturlesen,

Imke! Für alles! Mehr als alles andere! Aüdl!



Umberto Eco für seine Anleitung, „Wie man eine wissenschaftliche Abschlussarbeit schreibt“ (UTB-Verlag, ISBN 3-8252-15121)

Inhaltsverzeichnis

| | |
|------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| Zusammenfassung | 12 |
| Abstract | 13 |
| 1 Einleitung, wissenschaftliche Fragestellung | 14 |
| 2 Hochgefüllte thermoplastische Compounds | 16 |
| 2.1 Funktioneller Füllstoff | 17 |
| 2.1.1 Verteilung der Füllstoffe | 19 |
| 2.1.2 Füllstoff Eisen-Silizium 6,8 | 23 |
| 2.2 Thermoplaste | 28 |
| 2.2.1 Polypropylen | 29 |
| 2.3 Additive | 31 |
| 2.3.1 Oxidation von Polypropylen | 31 |
| 2.3.2 Die Einflüsse von Metallen | 32 |
| 2.3.3 Gleitmittel | 32 |
| 2.3.4 Die gewählte Additivzusammenstellung | 33 |
| 3 Rheologie gefüllter Schmelzen | 35 |
| 3.1 Ungefüllte Polymerschmelzen | 39 |
| 3.2 Die Modelle für viskoelastisches Verhalten | 43 |
| 3.3 Einfluss der Füllstoffe | 46 |
| 3.3.1 Wechselwirkungen | 48 |
| 3.3.2 Korrekturen | 50 |
| 3.3.3 Wandgleiten | 50 |
| 3.4 Die verwendete Rheometrie | 53 |
| 3.4.1 Hochdruckkapillar-Rheometer | 53 |
| 3.4.2 Darstellung der Untersuchungen am Hochdruckkapillarrheometer | 55 |
| 4 Compoundierextrusion und Spritzguss | 60 |
| 4.1 Compoundierextrusion | 61 |
| 4.1.1 Doppelschneckenextruder | 62 |
| 4.1.2 Plastifizieren, Fördern, Kneten und Mischen | 64 |
| 4.1.3 Der gewählte Schnecken Aufbau | 66 |
| 4.1.4 Prozessparameter der Compoundierung | 68 |
| 4.1.5 Peripherie | 70 |
| 4.1.6 Compoundbeschreibung | 70 |

| | | |
|----------|-----------------------------------------------------------------------|------------|
| 4.2 | Spritzguss | 71 |
| 4.2.1 | Maschinendarstellung | 72 |
| 4.2.2 | Verfahrensablauf des Spritzgießens | 75 |
| 4.2.3 | Die verwendete Maschinenteknik | 82 |
| 4.2.4 | Die verwendeten Spritzgießwerkzeuge | 82 |
| 4.2.5 | Besonderheiten beim Spritzgießen von FeSi-PP | 85 |
| 4.2.6 | Prozessparameter des Spritzgießens | 89 |
| 4.2.7 | Reale thermisch bedingte Prozesse beim Spritzgießen | 89 |
| 5 | Magnetische Eigenschaften | 98 |
| 5.1 | Relevante Grundlagen | 98 |
| 5.2 | Bestimmung der weichmagnetischen Eigenschaften | 106 |
| 5.3 | Die Permeabilität eines weichmagnetisch gefüllten Compounds | 107 |
| 5.3.1 | Die Abhängigkeit vom Füllgrad | 107 |
| 5.3.2 | Die Abhängigkeit von der Füllstoffpermeabilität | 111 |
| 5.3.3 | Die Abhängigkeit von der Korngrößenverteilung | 115 |
| 5.3.4 | Magnetische Charakterisierung von FeSi-PP | 116 |
| 6 | Fazit und Ausblick | 121 |
| 7 | Abkürzungsverzeichnis | 122 |
| 8 | Curriculum Vitae | 137 |

Tabellenverzeichnis

| | | |
|-----|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.1 | Kornformen von Füllstoffen und typische Erzeugungsverfahren [Bar89] | 19 |
| 2.2 | Repräsentation der Verteilung FeSi _{6,8} | 27 |
| 2.3 | Repräsentation der Verteilung FeSi _{6,8} | 34 |
| 3.1 | Beschreibung der relativen Viskositäten [Pah95] | 47 |
| 4.1 | Elementaufbau des Doppelschneckenextruders | 67 |
| 4.2 | Die Prozessparameter des Spritzgießens von FeSi-PP | 90 |
| 4.3 | Umrechnungen der Massen- auf Volumenprozent für Abbildung 4.35 | 96 |
| 5.1 | Permeabilitätszahlen nach DIN 1324 Teil 2 | 102 |
| 5.2 | Messungen der Permeabilitäten für hochgefüllte thermoplastische Compounds; die Messungen für Magnetit beziehen sich auf [Wen02]. | 111 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.1 | Abhängigkeit des Volumenfüllgrades vom Massenfüllgrad bei eisensiliziumgefülltem Polypropylen | 20 |
| 2.2 | Theoretische Partikelanordnungen in einer Matrix [Bar89] | 20 |
| 2.3 | Theoretische Anordnung und geometrische Verhältnisse einer bimodalen Verteilung, räumliche Darstellung einer unimodalen Verteilung [BW04] . | 21 |
| 2.4 | Fullerparabel für eine beispielhafte Korngrößenverteilung unterhalb 30 mm. Kurve 1 beschreibt die Partikelgrößen ohne ein feinkörniges Bindemittel, Kurve 2 zeigt den Verlauf, wenn dieses beigemischt ist [Wol04]. . . | 22 |
| 2.5 | Mikroskopische Aufnahme der Partikelform von Eisen-Silizium 6,8 | 23 |
| 2.6 | Schematische Darstellung einer Schmelzegasverdünnungsanlage mit Vakuuminduktionsofen und Feinstoffabzug [Ger97] | 24 |
| 2.7 | Korngrößenverteilung Eisen-Silizium 6,8 [N.N03c] | 24 |
| 2.8 | Fullerkurve für $d_{max} = 147\mu_m$ und Partikelgrößenverteilungskurve von FeSi6,8 | 26 |
| 2.9 | Sphärischer Simulationsraum eines durch seine Korngrößenverteilung beschriebenen Pulvers, 17.598 Partikel eingefügt, Radius = $800\mu m$ [Dra03] | 27 |
| 2.10 | REM-Aufnahme einer Bruchfläche eines Bauteils aus hochgefülltem FeSi-PP-Compound | 29 |
| 3.1 | Das Pitch Drop Experiment der Universität von Queensland, Australien [N.N04e] | 36 |
| 3.2 | Schema der grundsätzlichen Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von Zeit und Temperatur bei Polyethylen niedriger Dichte [Ret92] | 36 |
| 3.3 | Schematischer Verlauf von Elastizität, Volumen und Kristallbindungsenergie eines teilkristallinen Kunststoffes aufgetragen über der Temperatur [Fur03] | 37 |
| 3.4 | Strangaufweitungen einer polymeren Schmelze durch zwei unterschiedliche Düsenlängen, u.a. in [Men79] | 38 |
| 3.5 | Festkörperdeformation durch eine angreifende Schubspannung [Sch04b] . | 40 |
| 3.6 | Fließen zwischen zwei Platten [Sch04b] | 40 |
| 3.7 | Schubspannungsverlauf (links) und dynamische Viskosität (rechts) von Beispielfluiden, aufgetragen gegen die Schergeschwindigkeit [Mor01] . . . | 41 |
| 3.8 | Schematischer Verlauf der Viskosität einer ungefüllten Polymerschmelze in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit [Car97] | 42 |
| 3.9 | Fehlerquellen und ihre messtechnischen Auswirkungen bei der Fließkurvenmessung [Ald04] | 43 |

| | | |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.10 | Retardationsversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d] . . . | 44 |
| 3.11 | Relaxationsversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d] | 44 |
| 3.12 | Kriechversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d] | 45 |
| 3.13 | Werkstoffmodelle zum viskoelastischen Verhalten [N.N04d] | 45 |
| 3.14 | Schematische Darstellung der Verschiebung der Viskositätsfunktion durch den Zusatz von Füllstoffen [Xin96] | 48 |
| 3.15 | Schema der Schergeschwindigkeiten einer wandhaftenden (a) und einer wandgleitenden (b) Strömung nach [Pah95] | 51 |
| 3.16 | Schema des verwendeten Doppelzylinder-Hochdruck-Kapillarrheometers . | 54 |
| 3.17 | Druck- und Stempelkraftverlauf über die Messzeit bei einem Düsenradius von 1,5 mm und einer Temperatur von 200°C | 56 |
| 3.18 | Scherviskosität von FeSi-PP über die korrigierte Schergeschwindigkeit . . | 57 |
| 3.19 | Vergleich der ausgetragenen Stränge aus der Messdüse des Kapillarrheo- meters und der Nulldüse | 58 |
| 3.20 | Verformbarkeit und Duktilität des durch den Austrag aus der Messdüse gerichteten Extrudates | 58 |
| 3.21 | Mikroskopische Aufnahme des durch die Messdüse ausgetragenen Extru- dates | 59 |
| 4.1 | Parameter, die die Eigenschaften eines Formteils als Kunststoff beeinflus- sen können[Ret92] | 61 |
| 4.2 | Definition der Größen einer Extruderschnecke | 62 |
| 4.3 | Richtungen der Druck- und Schleppströmungen im gegenläufigen Doppel- schneckenextruder [Joh92] | 63 |
| 4.4 | Förder-Knetelement-Kombination [Hen89] | 64 |
| 4.5 | Schema des Feststoffeinzugs beim gleichlaufenden Doppelschneckenextru- der [Hen89] | 65 |
| 4.6 | Förder- und Knetwirkung von Extruderschneckenelementen am Beispiel des Schmelzefflusses [Hen89] | 65 |
| 4.7 | Typische Plastifizierkombinationen [Hen89] | 66 |
| 4.8 | Schneckenelemente des verwendeten Extruders. Links: breite rechtslau- fende Scherelemente, Mitte: zweigängige Förderelemente, Rechts: schmale rechtslaufende Scherelemente | 67 |
| 4.9 | Verwendeter Schneckenaufbau des Doppelschneckenextruders 25Ax40D, Berstorff | 68 |
| 4.10 | Vergleich der Antriebsleistungen des Extruders bei 57 Vol.% (= 92 Gew.%) und 69 Vol.% (= 95 Gew.%) Füllung | 69 |
| 4.11 | Vergleich der Druckverläufe am Kopfflansch des Extruders bei 57 Vol.% (= 92 Gew.%) und 69 Vol.% (= 95 Gew.%) Füllung | 69 |
| 4.12 | Partikelgrößen und -formen des erzeugten ultrahoch gefüllten Compounds | 71 |
| 4.13 | Anteile der Maschinenarten am Kerngeschäft des Kunststoffmaschinen- baus [N.N01] | 72 |
| 4.14 | Schema einer vollhydraulischen Spritzgießmaschine mit holmgelagerten Aufspannplatten [Bos00] | 73 |

| | | |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.15 | Schema der Plastifizierschnecke einer Spritzgießmaschine [Ger97] | 74 |
| 4.16 | Verfahrensablauf des Spritzgießens [Sti01] | 75 |
| 4.17 | Temperatur-Druck-Kurve für einen dichtekonstanten Feedstock [Ger97] . | 76 |
| 4.18 | Druckverlauf in der Kavität während Einspritzen und Nachdrücken; Darstellung der relevanten Qualitätsmerkmale [Bos00] | 77 |
| 4.19 | Ausbreitung einer Fließfront beim Spritzgießen [Sti01] | 78 |
| 4.20 | Schematischer Vergleich der Drücke an Hydraulikzylinder, Schmelze und Werkzeug [Ger97] | 79 |
| 4.21 | Verspannungsschaubild Spritzgießwerkzeug - Schließeinheit [Sti01] | 79 |
| 4.22 | p-v-T-Diagramm eines teilkristallinen Thermoplasten | 80 |
| 4.23 | Spritzgießwerkzeug und Bauteil mit Angussgeometrie für den Schulter- und den Rundstab | 83 |
| 4.24 | Spritzgießwerkzeug und Kreisringe | 83 |
| 4.25 | Spritzgießwerkzeug zur Herstellung von dünnwandigen Spritzgießteilen . | 84 |
| 4.26 | Anker mit Wicklung, Welle und Kommutator eines herkömmlichen Elektrokleinmotors [Sar04a] | 85 |
| 4.27 | Konstruktionsmodell des für die Spritzgießfertigung optimierten Ankerpaketes [Sar04a] | 85 |
| 4.28 | p-v-T-Diagramm eines gefüllten teilkristallinen Thermoplasten im Vergleich zu einem ungefüllten | 86 |
| 4.29 | Vergleichende Darstellung der el. Spannungen eines Thermoelementes im Spritzgießwerkzeug bei gefüllten Magnetit-PP-Compounds. | 87 |
| 4.30 | Entstehung von Schwindungsvakuolen in einem dickwandigen Spritzgießteil | 88 |
| 4.31 | Die Abhängigkeit der Vakuolenentstehung von Einspritzgeschwindigkeit und Temperatur | 89 |
| 4.32 | Darstellung eines Spiralwerkzeugs für die empirische Bestimmung des Fließweges beim Spritzgießen [Wii04] | 91 |
| 4.33 | Fließwege im dünnwandigen Spritzgießbauteil Rechen | 93 |
| 4.34 | Zunehmender Füllgrad der bei gleichen Produktionsparametern spritzgegossener Bauteile | 93 |
| 4.35 | Abhängigkeit der Fließweglänge dünnwandiger Bauteile vom Füllgrad . . | 94 |
| 5.1 | Schema des Elektronenspins | 98 |
| 5.2 | Schema der Domänen innerhalb des Korns | 100 |
| 5.3 | Ummagnetisierungshysterese eines Trafoblechs [Cer04] | 104 |
| 5.4 | Unterscheidung der Hart- und Weichmagnete anhand ihrer Ummagnetisierungshysterese | 105 |
| 5.5 | Unterscheidung in Hart- und Weichmagnete | 105 |
| 5.6 | Theoretische Bereiche von Füllstoffen und Polymer | 108 |
| 5.7 | Darstellung unterschiedlicher geometrischer Abhängigkeiten der Permeabilität vom Füllgrad | 109 |
| 5.8 | Darstellung der theoretischen Compoundpermeabilität in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer angenommenen Füllstoffpermeabilität von 10.000 | 110 |

| | | |
|------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 5.9 | Darstellung der theoretischen Compoundpermeabilität in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer angenommenen Materialpermeabilität von 200 . . | 112 |
| 5.10 | Schematische Darstellung einer Feldkonzentration durch zwei magnetisch leitfähige Partikel innerhalb einer Kunststoffmatrix. | 113 |
| 5.11 | Schematische Darstellung der Feldüberhöhung zwischen zwei magnetisch permeablen Füllstoffpartikeln | 113 |
| 5.12 | Schematische Darstellung der geometrischen Verzerrung der Füllstoffpartikel durch Sättigung aus überhöhter Feldstärke bei direktem Kontakt | 114 |
| 5.13 | Qualitativer Verlauf der Abhängigkeit der Compoundpermeabilität mit einem Zwischenmaximum durch einen optimalen Füllstoffabstand | 115 |
| 5.14 | Ummagnetisierungshysterese des Kreisringes aus FeSi-PP [Cer04] | 116 |
| 5.15 | Skizze des verwendeten Messrahmens zur magnetischen Charakterisierung von Rundstabgeometrien | 117 |
| 5.16 | Ersatzschaltbild für den Messrahmen zur Bestimmung der weichmagnetischen Eigenschaften niederpermeabler Materialien [Cer04] | 118 |
| 5.17 | Abhängigkeit der relativen Permeabilitätszahl von FeSi-PP vom Volumenfüllgrad eines Probekörpers | 119 |
| 5.18 | Vergleich der Messungen der relativen Permeabilitätszahl mit der Theorie über deren Anstieg mit dem Volumenfüllgrad | 120 |

Pánta Rhei

Heraklit von Ephesos (ca. 540 bis 480 v.Chr.) soll von einem Töpfer gefragt worden sein, worin der Unterschied zwischen dem Fließen von Pech und dem von Ton bestehe. Bis die moderne Rheologie darauf eine Antwort geben kann, sollen fast zweieinhalb Jahrtausende vergehen - für Heraklit jedoch war die Frage die philosophische Anregung, um für das Werden und Vergehen, wie es vom (Natur-) Gesetz *logos* bestimmt ist, den Ausdruck „*Pánta Rhei*“ - „*alles fließt*“, zu definieren.

Dieser Ausdruck hat die Zeiten überdauert.

α

Zusammenfassung

Ein mit weichmagnetischen, sphärischen Partikeln zu rund 70 Volumenprozent gefülltes Polypropylen-Homopolymer wurde bezüglich seiner kunststofftechnischen Verarbeitung und seiner magnetischen Wirksamkeit untersucht.

Der weichmagnetische Füllstoff ist ein aus Gasverdüsung hergestelltes Eisensilizium mit 6,8% Siliziumanteil. Die gewählte Fraktion liegt unterhalb $106\text{ }\mu\text{m}$. Der Sauterdurchmesser der Partikel beträgt $49,58\text{ }\mu\text{m}$, die Partikelgrößenverteilung ist leicht zu kleineren Partikeln um $30\text{ }\mu\text{m}$ verschoben. Die Größenverteilung wurde u.a. mit der Theorie nach Fuller für die dichteste Kugelpackung einer Schüttung verglichen.

Der verwendete Thermoplast ist ein Standard-Polypropylen Homopolymerisat. Es wurden Additive für eine erhöhte thermische Beständigkeit, eine Desaktivierung von Metallen und Gleitmittel für die Compoundherstellung verwendet.

Vor der Herstellung eines Compounds wurde die zu Grunde liegende Rheologie über hochgefüllte Thermoplastsysteme, bzw. Suspensionsrheologie dargestellt. Erste rheologische Charakterisierungen des Compounds wurden mittels Hochdruck-Kapillarrheometrie vorgenommen, welche besagen, dass für die besten Ergebnisse Verarbeitungen unterhalb einer Schergeschwindigkeit von 200 s^{-1} vorgenommen werden sollten.

Die Mischung von Füllstoff und Thermoplast-Additiv-Gemisch wurde danach mittels eines gleichlaufenden Doppelschneckenextruders bei Drehzahlen von 400 min^{-1} und Temperaturen von 240°C vorgenommen. Die Schneckengeometrie wurde an den hohen Füllstoffanteil angepasst, indem nur wenige Schererelemente eingefügt wurden. Der Füllstoff wurde außerdem auf 150°C vorgewärmt.

Die Formgebung zu dickwandigen und dünnwandigen Bauteilen erfolgte über das Spritzgießen bei Temperaturen von 240°C und Drücken zwischen 800 und 1200 bar bei Einspritzgeschwindigkeiten zwischen 2 und $45\text{ cm}^3/\text{s}$.

Der Bauteilherstellung folgte die magnetische Charakterisierung, welche durch einen Messrahmen mit Einspannung von zylindrischen Bauteilen aus dem Compound vorgenommen wurde. Das Material zeigte dabei relative Permeabilitäten von bis zu 20 und konnte bei Feldstärken von bis zu 5 kA/m mit einer erreichten Flussdichte von 120 mT nicht bis in die Sättigung aufmagnetisiert werden. Das Material wurde schließlich nach Konstruktion eines Werkzeugs zu einer Ankergeometrie für Elektrokleinmotoren mittels Spritzguss geformt.

Abstract

Polypropylene homopolymer has been filled with an amount of 70 Vol.% of spherical soft magnetic Iron-Silicon (6.8% Silicon).

The particle size distribution chosen was below 106 microns. A small peak of particle size was found to be near 30 microns. The Sauter-diameter was calculated to be 49.58 microns. The existing iron-silicon-powder was compared to the Fuller-Curve.

A standard thermoplastic was taken as a matrix material and several additives for higher heat resistance, metal inactivation and lubrication have been used.

Rheological analysis took place. The highly filled compound material was found to be processed best with shear rates beneath 200 s^{-1} in extrusion and injection moulding processes.

Using a concurrent twin screw extrusion machine the material was produced. We used temperatures between 230 and 240°C and rotational frequencies of 400 min^{-1} . Only a few shear elements were placed upon the screw and the filler material has been heated to 150°C.

With the Injection moulding process parts for magnetic characterizing have been produced. We used 240°C melt temperature, injection velocities between 2 and $45 \text{ cm}^3/\text{s}$ and pressures between 800 and 1200 bar.

The magnetic behavior of the parts was measured with a special frame that clamps the molded part. The magnetic permeability was found to be around the value of 20. With a magnetic field that reaches 5 kA/m a flux density of 120 mT was generated. This appears not to be the maximum flux density. Finally a rotor was molded and applied into a small electro motor application. In further tests it has to show it's capability.

1 Einleitung, wissenschaftliche Fragestellung

Die in den letzten drei Jahren am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik durchgeführten und in dieser Arbeit dargestellten Untersuchungen haben zum Ziel, eine Materialmischung aus einem synthetischen Thermoplasten und einem metallischen Füllstoff in Bezug auf ihr verfahrenstechnisches *Fließverhalten* beim Mischen (Compoundieren) und Spritzgießen zu charakterisieren und die technische Leistungsfähigkeit der Bauteile aus einem solchen Compound darzustellen. Es zeigte sich, dass aus der Anwendungstechnik der Kunststoffverarbeitung heraus eine Vielzahl wissenschaftlicher Fragestellungen entsprungen sind, welche nicht nur den Rahmen des eigenen Fachgebiets überstiegen, sondern zum Teil in der wissenschaftlichen Literatur nur bedingt dargestellt sind. So hat sich eine intensive Zusammenarbeit der Kunststoffverarbeitung, der Polymerwerkstoffe und ihrer grundsätzlichen Chemie, der Grundlagen aus Bindemittelforschung, der Elektrotechnik und der dort angrenzenden Forschung über den Magnetismus ergeben.

Die verwendeten Füllstoffe weisen eine weichmagnetische Wirksamkeit auf. Die Leitung eines magnetischen *Flusses* ist Aufgabe des Füllstoffes - diese Leitung bedingt grundsätzlich einen sehr hohen Anteil an wirksamen Füllstoffen im Thermoplasten. Dieser wiederum gibt dem Bauteil die notwendige mechanische Festigkeit und geometrische Gestalt sowie die Fähigkeit, zu *fließen* und dadurch im Spritzgießverfahren urgeformt werden zu können.

Fließen muss das Compound zuerst in der verfahrenstechnischen Maschine, welche zunächst zu seiner Erzeugung eingesetzt wird: zum Beispiel einem Compoundierextruder. *Fließen* Kunststoffschmelzen generell sehr leicht, bewirken doch die Füllstoffe einen spezifischen Widerstand gegen das *Fließen*. Wird eine bestimmte Konzentration ξ an Füllstoffen überschritten, geht die *Fließfähigkeit* verloren.

Um in eine funktionelle Form gebracht werden zu können, muss das hoch gefüllte Compound den Verfahrensschritt Spritzgießen durchlaufen. Wiederum *fließt* das Material - diesmal mit hohen Geschwindigkeiten und unter hohen Drücken in eine festgelegte Form. Die Schmelze erstarrt, unterliegt einer Volumenschwindung und zeigt ein charakteristisches Verhalten in Bezug auf seine Temperaturleitfähigkeit und seinem Entformungsverhalten aus der Kavität.

Beim Einsatz eines solchen Bauteiles in der Elektrotechnik, bzw speziell der Elektronik wird ein Magnetfeld durch das Bauteil geleitet. Das Bauteil selbst darf jedoch unter den Umgebungsbedingungen (zumeist eine erhöhte Temperatur), obwohl es selbst grundsätzlich thermoplastisch ist, nicht *fließen*: es muss formstabil zur Erfüllung seiner Funktion bleiben.

Durch die Darstellung der relevanten theoretischen Grundlagen und der materialbezogenen Besonderheiten eines solchen Compounds soll diese Arbeit einen Beitrag zur Charakterisierung des Materials liefern und die prozesstechnischen Besonderheiten bei der Erzeugung und Verarbeitung eines thermoplastischen, ultrahoch gefüllten, weichmagnetisch wirksamen Compounds aufzeigen.

Diese Ausführungen über eine Spezialanwendung der Kunststoffverarbeitung und des Einsatzes eines funktionell modifizierten Spritzgießbauteiles sowie der Rückschluss vom Bauteil auf das eingesetzte Material, wie es bei der Kunststofftechnik in vielen Fällen notwendig ist, soll auch der berechtigten Frage von Eugene C. Bingham bei einer Vielzahl von akademischen Überlegungen: „Of what use is it?“ gerecht werden.

2 Hochgefüllte thermoplastische Compounds

Die Verarbeitung von hoch und ultrahoch gefüllten Compounds stellt durchaus kein Novum dar. Die Intentionen der Anwendungen sind dabei grundsätzlich unterschiedlicher Art:

- Die Verstärkung von Kunststoffen mit Fasern zur Erhöhung der mechanischen Eigenschaften (Zug-, Druck-, E-Modul und/oder Biegefestigkeit),
- die Verwendung von Füllstoffen zum Einsparen wertvoller Spezialkunststoffe,
- die Füllung von Kunststoffen mit hartmagnetischen Partikeln zur Erzeugung eines flexiblen, spritzgießbaren oder folienförmigen Dauermagneten,
- die Nutzung von weichmagnetischen Füllstoffen in einer Thermoplastmatrix zur Leitung eines Magnetfeldes bei komplexen Geometrien oder zum Umspritzen von Spulenkörpern,
- die Füllung von Kunststoffen mit leitfähigen Füllstoffen für die Einstellung einer speziellen elektrischen Leitfähigkeit,
- die Erzeugung eines sog. *Feedstocks* aus metallischem oder keramischem Pulver und einem Kunststoff zur Verleihung der nötigen Fließfähigkeit im Spritzgießverfahren und anschließender Entfernung der organischen Substanz, resp. thermisches Sintern des Spritzgießteils.

In allen Verfahren ist das Compound ein speziell für den Anwendungsfall zusammengestelltes Material, das in seiner Kombination die gestellten Anforderungen erfüllt: elektrische oder magnetische Leitfähigkeit, hoher E-Modul, schlagzähes Verhalten, Farbgebung etc.

Bei der Anwendung hoch gefüllter Kunststoffe treten in allen Fällen die gleichen physikalischen Phänomene auf: das Funktionsteil aus dem Compound soll zwar durch Urformung, also Schmelzefluss, hergestellt werden, jedoch verändern die Füllstoffe erheblich die rheologischen- sowie die Materialeigenschaften des erstarrten Bauteils im Gegensatz zum reinen Polymer. Künstlicher Wollastonit zum Beispiel bewirkt wegen seiner porösen Oberfläche im Bauteil einen höheren Kriechwiderstand der gefüllten Thermoplaste als andere Füllstoffe mit kugelhähnlicher Geometrie [Xin96].

Wo ein maximaler Füllstoffgehalt gewünscht wäre, begrenzt dieser die Verarbeitbarkeit über die Schmelze entweder durch den Verlust der Fließfähigkeit durch den Übergang in eine reine Förderung des Feststoffbettes oder durch frühzeitiges Einfrieren der Schmelze und damit eine Erstarrung vor der vollständigen Formfüllung. Menges hat bereits 1979 in [Men79] Untersuchungen vorgenommen, diesen Effekt zum Beispiel durch die Einleitung von zusätzlicher externer Energie in Form von Ultraschall zu vermindern.

In seiner Dissertationsschrift beschreibt Barth [Bar89], dass Grünlinge, meist mechanisch fragile rohe Spritzgießteile, welche ihre Festigkeit erst später durch eine thermische Behandlung erlangen, im Pulvermetallspritzgießen durchschnittlich 60 bis 65 Volumenprozent Füllstoff enthalten. Er nennt ein hochgefülltes Compound daher auch, weil funktional eindeutiger, ein „kunststoffgefülltes Metallpulver“.

Eine eindeutige und richtige Zuordnung des Materialverhaltens, welches tatsächlich viele Fachgebiete berührt, kann nur erfolgen, wenn zunächst sämtliche Ausgangsstoffe der Mischung und alle Einflussfaktoren seiner Verarbeitung hinreichend genau beschrieben sind. Daher befassen sich die folgenden Kapitel so weit mit ihrer Beschreibung, wie es zum wissenschaftlichen Verständnis der Zusammenhänge nötig ist¹.

2.1 Funktioneller Füllstoff

Die Charakterisierung eines pulverförmig vorliegenden Füllstoffes erfolgt allgemein über die Erfassung seiner zunächst nicht speziellen Funktionen, wie elektrische oder magnetische Wirkungen betreffenden, Größen [Bar89]:

- Chemische Zusammensetzung,
- Materialdichte,
- Schüttgewicht,
- Korngröße,
- Korngrößenverteilung,
- spezifische Oberfläche und
- Verdichtbarkeit in Bezug auf Klopfdichte.

Des weiteren ist besonders die Kornform, deren Zuordnung zunächst in Tabelle 2.1 aufgelistet ist, in Bezug auf die in Kapitel 3 ausführlich beschriebenen Fließeigenschaften einer Polymer-Füllstoff-Mischung von besonderer Bedeutung.

¹Einige Autoren, die sich mit Stoffgemischen beschäftigen, verweisen in diesem Zusammenhang auf eine fundamentale Abhandlung von Bruggeman aus dem Jahr 1935, in welcher die grundsätzlichen Zusammenhänge heterogener Substanzen berechnet werden [Bru35].

Die Schüttdichte stellt im Bereich der Compound- oder Feedstockherstellung (die Bezeichnung Feedstock ist im Bereich des Pulvermetallspritzgießens gebräuchlicher, kennzeichnet jedoch das gleiche Material) eine Besonderheit dar: die Bestimmung der Schütt- oder Klopfdichte eines pulverförmigen Füllstoffes allein sagt nur sehr wenig über die mögliche erreichbare Dichte innerhalb einer (fließfähigen) Mischung aus. Es erscheint zunächst paradox, dass sowohl die Messung der Schüttdichte wie auch ihre Simulation (siehe Kapitel 2.1.1) einen niedrigeren Wert der maximal möglichen Schüttdichte ergeben, als später im Bauteil vorliegt². Dieses Schüttdichteparadoxon berücksichtigt jedoch nicht, dass bei Einbringung einer fließfähigen Matrix ein interner Gleitfilm entsteht, welcher die Pulverschüttung um einen erheblichen Anteil zusammenrutschen lässt und bemerkt ebenfalls nicht, dass das Bauteil unter sehr hohen Drücken geformt wird.

Es ist weiterhin wichtig, dass neben Matrix und Füllstoff trotz der scherintensiven Verarbeitung ein gewisses Porenvolumen im Compound verbleibt. Die Compounddichte, welche messtechnisch zu $5,7 \text{ g/cm}^3$ bestimmt wurde, weicht von einer einfachen Bilanzierung der Inhaltsstoffe ab:

$$\xi_{\text{Füllstoff}} \cdot \rho_{\text{Füllstoff}} + \xi_{\text{Matrix}} \cdot \rho_{\text{Matrix}} = \rho_{\text{Compound}} = 6,209 \quad (2.1)$$

Der Unterschied zwischen Rechnung und Messung beträgt demnach rund $0,5 \text{ g/cm}^3$. Dieser Unterschied resultiert vermutlich hauptsächlich aus dem eingebrachten Porenvolumen. Er beträgt aus dieser Rechnung rund 8%. Die später noch ausführlicher beschriebene Abbildung 2.10 zeigt anschaulich, dass das Materialgemisch keineswegs nur aus Füllstoff und Matrix gebildet wird.

Im Bereich des Pulvermetallspritzgusses (PIM) als weit verbreitetes Anwendungsgebiet der hochgefüllten Kunststoffe wird hauptsächlich Pulver mit Partikelgrößen von $< 20 \mu\text{m}$ verwendet [Bar89]. Zur Schriftlegung seiner Arbeit hat Barth vermutet, dass zur Erhöhung der Wirtschaftlichkeit des Verfahrens davon auszugehen sei, dass in Zukunft grobkörnigere und billigere Pulver für das PIM-Verfahren verwendet würden. Inzwischen hat sich durch Fortschritte im Bereich der Herstellung von nanoskaligen Partikeln ein vollkommen neues Anwendungsfeld ergeben. Die Zielsetzung der Nanopartikelverarbeitung liegt in der Ausnutzung der speziell bei geringsten Korngrößen auftretenden Effekte durch einen hohen Anteil an Oberflächenatomen pro Partikel und bewirkt seit einigen Jahren ein erhöhtes Interesse von Wissenschaft und Technik. Viele dieser Anwendungen müssen sich jedoch noch im Einsatz bewähren. Das Leistungspotenzial nanoskalig gefüllter Kunststoffe scheint im Moment ebenso wenig ganz geklärt zu sein, wie die bisher noch umfangreich auftretenden Probleme bei der Dispergierung ohne die Bildung von Agglomeraten. Vielversprechend erscheint die Methode der Dispergierung und Deagglomeration von Nanopartikeln mit Hilfe von Ultraschall [Poh03].

²Während Messung und Simulation der trockenen Schüttung eine maximale Dichte von $4,6 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ ergeben, hat das aus dem Compound hergestellte Bauteil eine Dichte von rund $5,9 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$.

Tabelle 2.1: Kornformen von Füllstoffen und typische Erzeugungsverfahren [Bar89]

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| Eindimensionale Partikel (länglich) | |
| stäbchenförmig – chemische Zersetzung | unregelmäßig – chemische Zersetzung – mechanische Zerkleinerung |
| Zweidimensionale Partikel (flächig) | |
| zahnförmig – elektrolytisch | flockenförmig – mechanische Zerkleinerung |
| Dreidimensionale Partikel (ausgedehnt) | |
| kugelig – zerstäuben – zersetzen (Carbonyleisen) unregelmäßig – zerstäuben – chemisch zersetzen | knotig – zerstäuben – chemisch zersetzen porös – reduzieren von Oxiden |

Durch die Mischung von Polymer und Füllstoff hat es der Anwender immer mit einem mehr oder weniger großen Unterschied zwischen den an der Mischung teilnehmenden Materialdichten zu tun. Die Angabe eines Füllstoffgehaltes in Massenprozent ist nur dann sinnvoll und verständlich, wenn gleichzeitig die Dichteunterschiede bekannt sind. Die in vielen Fällen nötige Umrechnung von Volumen- auf Massengehalt an Füllstoffen bei den Compounds erfolgt durch die Beziehung (siehe u.a. [Lic92]):

$$\xi_{VF} = \left(\frac{1}{1 + \frac{\rho_F}{\rho_M} \cdot \frac{c_M}{1-c_M}} \right) \quad (2.2)$$

mit ξ_{VF} = Volumenfüllgrad der Füllstoffpartikel in Vol.%, ρ_F = Dichte des Füllstoffes in $\frac{g}{cm^3}$, ρ_M = Dichte der Matrix bzw. des Polymers in $\frac{g}{cm^3}$ und c_M ist der auf 1 bezogene Gewichtsanteil der Matrix (für z.B. 5% = 0,05).

Mit dieser Beziehung stellt sich zum Beispiel die Abhängigkeit zwischen Massen- und Volumenfüllgrad bei einem mit Eisensilizium ($\rho = 7,85 \frac{g}{cm^3}$ gefüllten Polypropylen ($\rho = 0,9 \frac{g}{cm^3}$ wie in Abbildung 2.1 gezeigt, dar.

2.1.1 Verteilung der Füllstoffe

In der Theorie finden sich unterschiedliche Beschreibungen über die Anordnung der Füllstoffe in einer Polymermatrix. Bei einer Compoundierung im kunststofftechnischen Sinne sind zwar die Wirkungsweisen der Mischelemente von Extruder oder Knetter bekannt, jedoch ist der erfolgreiche Einsatz oft ein Erfahrungswert oder individuelles Know-How. Barth beschreibt in [Bar89] neben vier grundsätzlichen Verteilungsmöglichkeiten

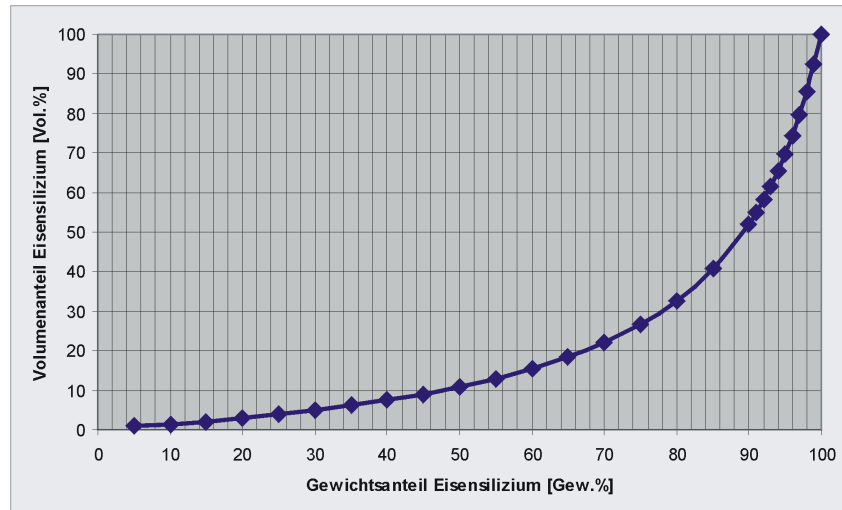


Abbildung 2.1: Abhängigkeit des Volumenfüllgrades vom Massenfüllgrad bei eisen-siliziumgefülltem Polypropylen

(siehe Abbildung 2.2) *Theoretisch geordnet, statistisch verteilt, agglomeriert* und *entmischt* auch die, ausgehend von einer geordneten Verteilung, mögliche maximale Packungsdichte.

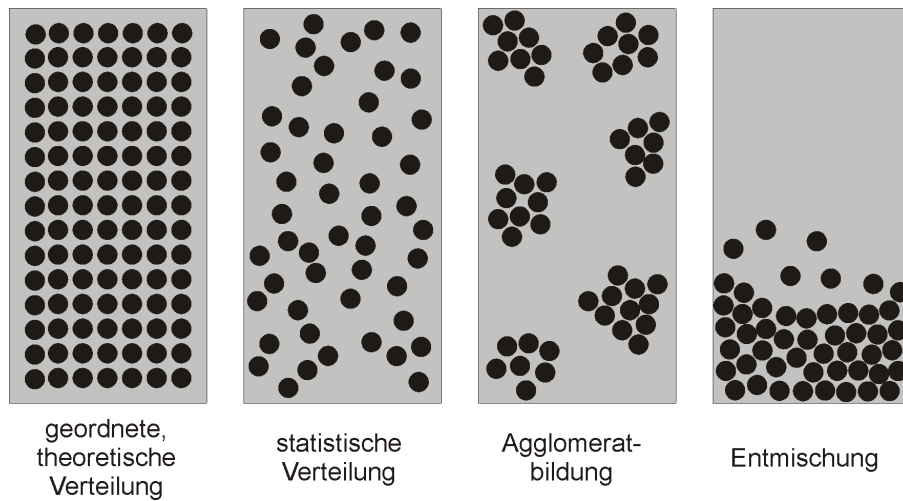


Abbildung 2.2: Theoretische Partikelanordnungen in einer Matrix [Bar89]

Diese im Fachgebiet der Kristallographie definierte Größe sagt aus, welche Volumenanteile theoretisch durch kugelförmige Füllstoffe in einem Bilanzraum besetzt werden können. Für Kugeln gleicher Größe weist die hexagonal dichteste Packung mit einem Raumerfüllungsgrad von 74% ein Maximum auf. Der ungenutzte Raum zwischen den Kugeln (Zwickel) kann gegebenenfalls durch kleinere Kugeln besetzt werden [Hol95]. Das Radienverhältnis der Kugeln zueinander berechnet sich unter Betrachtung der Seitenhalbierenden des gleichschenkligen Dreiecks zwischen den Mittelpunkten der großen

Kugeln (siehe Abbildung 2.3) über: $\cos 30^\circ = \frac{R}{x}$ mit $r = x - R$ zu

$$r = \frac{R}{\cos 30^\circ} - R. \quad (2.3)$$

Bei Annahme eines Kugeldurchmessers von beispielsweise $100 \mu\text{m}$ für die großen Kugeln liegen die kleinen Kugeln im Zwickel dann bei $15,47 \mu\text{m}$ im Durchmesser³, bzw. ist das Verhältnis $r/R = 0,1547$.

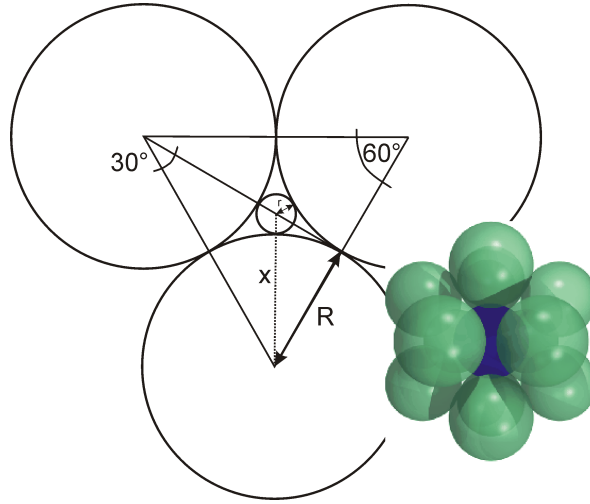


Abbildung 2.3: Theoretische Anordnung und geometrische Verhältnisse einer bimodalen Verteilung, räumliche Darstellung einer unimodalen Verteilung [BW04]

Die rechnerische Bestimmung der dichtesten Kugelpackung bei Kugeln gleicher Größe (unimodale Verteilung) ist zwar grundsätzlich möglich (siehe u.a. [Hel01]), führt aber zu dem in der Mathematik beschriebenen „Kissing Number Problem“, also der Fragestellung nach den Kontaktpunkten vieler Kugeln in einer Schüttung [BW04]. Bereits die Bestimmung der größten räumlichen Packungsdichte bei einer trimodalen Verteilung ist jedoch mathematisch nicht gelöst, denn hier gibt es unterschiedliche Möglichkeiten, die verbleibenden Zwickel auszufüllen - eine einzige Kugelgröße, welche in den verbleibenden Zwickel passt, ist nur eine davon. Im Moment werden umfangreiche Forschungen betrieben, mittels numerischer Verfahren und durch die Nutzung von leistungsfähigen Rechnern, Kugelschüttungen mit angepassten bzw. optimierten Korngrößenverteilungen zu berechnen.

³Rothon beschreibt in [Rot95] hingegen, dass nach den vorliegenden geometrischen Größenverhältnissen die entstehenden Zwickel der Kugelschüttung durch Kugeln aufgefüllt werden können, die 22,5 und 41,4% des Durchmessers der größten Kugel ausmachen und dann eine Packungsdichte von 81 Vol.% erzeugen. Diese Bestimmung kann durch eigene Berechnungen nicht nachvollzogen werden.

Für solche real vorliegenden Pulverschüttungen existiert zwar heute kein mathematischer Lösungsansatz, jedoch ist diese Fragestellung bei vielen technischen Anwendungen, vor allem im Bereich der Bindemittelindustrie, für eine optimierte Schüttung und damit z.B. für einen sehr dichten Beton wichtig. Bereits 1905 wurde von dem US-amerikanischen Forscher W.B. Fuller [Wol04] hierfür eine Gleichung aufgestellt, nach welcher noch heute die erste grobe Auswahl von Siebfractionen bewertet wird. Der mathematische Zusammenhang

$$a = \left(\frac{d}{D} \right)^n \quad (2.4)$$

mit den Parametern d = Lochweite des Siebes, D = größte vorliegende Korngröße und dem Exponenten n für die Form der Partikel (für unregelmäßige Kornformen gilt $n = 0,3$; bei einem Rundkorngemisch gilt $n = 0,5$) beschreibt die Fullerparabel. Abbildung 2.4 zeigt für eine beispielhafte maximale Korngröße von 30 mm, welche prozentualen Siebdurchgänge einer vorliegenden Verteilung für den besten Raumerfüllungsgrad gelten. Liegt die Kurve für das verwendete Material leicht oberhalb der Fullerkurve, gilt die Schüttung für Anwendungen der Baustoffindustrie als „brauchbar“, liegt sie deutlich darüber, befinden sich in der Schüttung zu viele große Partikel. Bereits ein leichtes Unterschreiten der Fullerkurve bedingt, dass die Schüttung durch zu viele kleine Partikel als Baustoff nicht brauchbar ist.

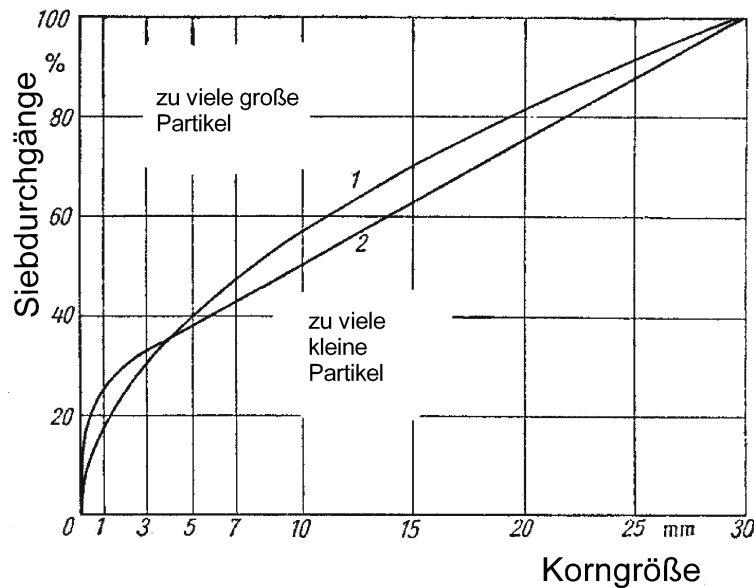


Abbildung 2.4: Fullerparabel für eine beispielhafte Korngrößenverteilung unterhalb 30 mm. Kurve 1 beschreibt die Partikelgrößen ohne ein feinkörniges Bindemittel, Kurve 2 zeigt den Verlauf, wenn dieses beigemischt ist [Wol04].

2.1.2 Füllstoff Eisen-Silizium 6,8

Der für die vorliegenden Untersuchungen verwendete metallische Füllstoff, im folgenden „Eisen-Silizium 6,8“ genannt, ist neben seiner weichmagnetischen Wirksamkeit⁴ charakterisiert durch eine sphärische Partikelform (siehe Abbildung 2.5) sowie eine relativ breite Korngrößenverteilung (siehe Abbildung 2.7) aus einer Absiebung unterhalb 106 μm . Es ist wichtig zu bemerken, dass die Abbildung 2.5 nur in der Lage ist, die Form der Partikel darzustellen und nichts über den erreichten Füllgrad aussagt. Bei der Herstellung des für die Abbildung benötigten Schliffbildes wurden zahlreiche kleinere Partikel aus der Matrix herausgerissen, so dass das Bild eine deutlich niedrigere Füllung darstellt, als erreicht wurde.

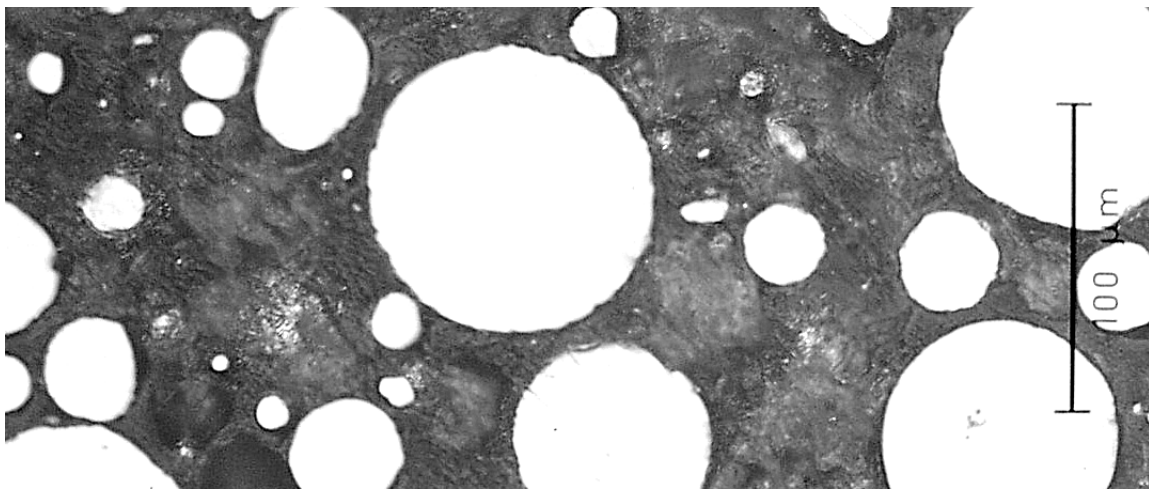


Abbildung 2.5: Mikroskopische Aufnahme der Partikelform von Eisen-Silizium 6,8

Die Partikel werden durch Schmelze-Gasverdüstung hergestellt. Bei diesem Verfahren wird die Schmelze aus einem Vakuum-Induktionsofen in eine Düse geleitet und mittels Inertgas verdüst. Bis die Schmelze erstarrt ist, befindet sie sich im freien Fall und bildet die energetisch günstigste Form einer Kugel aus. Abbildung 2.6 verdeutlicht den Verfahrensablauf und zeigt schematisch, wie eine entstehende Feinfraktion abgezogen und das Material damit entstaubt wird.

Neben dem Eisenbasiswerkstoff befindet sich als Hauptlegierungsanteil 6,5 bis 6,9% Silizium in dem Material. Der Kohlenstoffanteil liegt bei 0,02%, der Sauerstoffanteil bei 0,15% und der Stickstoffanteil bei 0,01% [N.N03b].

⁴Die zum weiteren Verständnis notwendigen Erläuterungen werden im Kapitel 5.1 ausführlich dargestellt. Für die Beschreibung der kunststofftechnischen Fertigungsverfahren kann der Füllstoff zunächst als ein nicht-funktionaler angesehen werden.

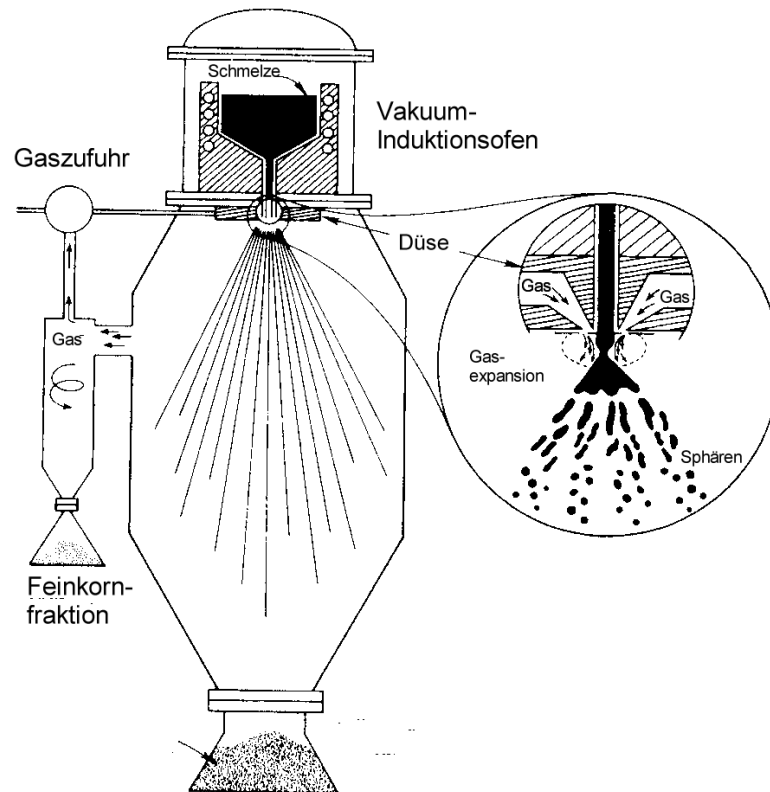


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung einer Schmelzegasverdünnungsanlage mit Vakuuminduktionsofen und Feinstoffabzug [Ger97]

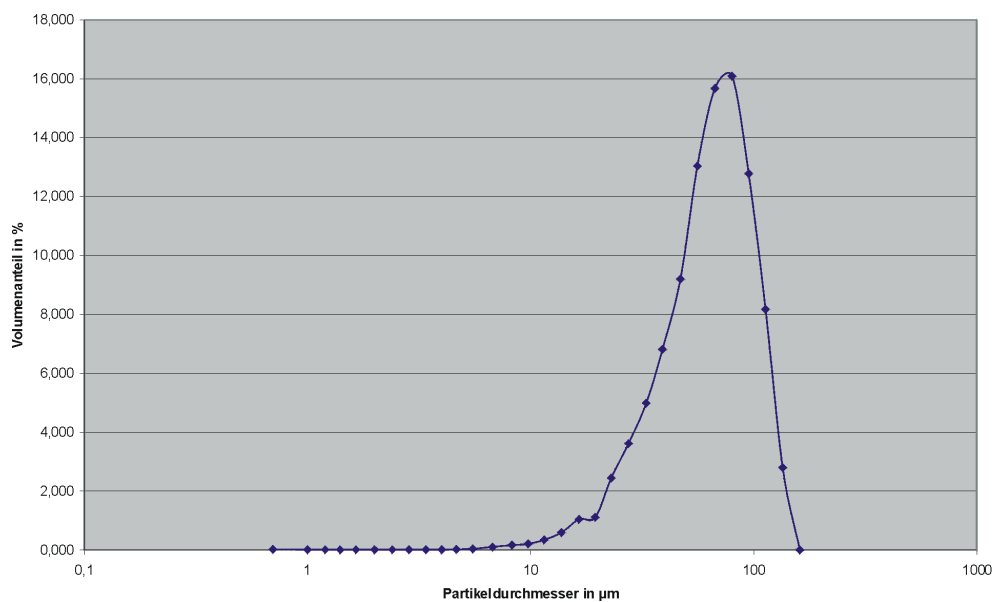


Abbildung 2.7: Korngrößenverteilung Eisen-Silizium 6,8 [N.N03c]

Das Pulver weist, wie bereits erwähnt, eine Materialdichte von $7,85 \frac{g}{cm^3}$ auf. Seine Schüttdichte beträgt $4,6 \frac{g}{cm^3}$, entsprechend einem Volumenfüllgrad von 64,4%. Die spezifische Oberfläche S_v des Pulvers wurde zu $0,121 \frac{m^2}{cm^3}$ bestimmt [Sti95]. Der daraus berechnete Sauterdurchmesser d_{32} errechnet sich über $d_{32} = \frac{6}{S_v}$ zu $49,58 \mu m$ und stellt die spezifische Oberfläche des Partikelkollektivs dar⁵. Die Partikel fließen als trockene Schüttung sehr leicht und neigen nicht zum Verkleben oder sonstigen Agglomerationen. Sie sind jedoch sehr empfindlich gegenüber Feuchtigkeit und bilden in Gegenwart von Wasser deutlichen Rost.

Der Hauptlegierungsbestandteil Silizium hat auf das Eisen eine vielfältige Wirkung [Boz68]. Zum einen sinkt mit steigendem Siliziumgehalt die Materialanisotropie, da das Gamma-Umwandlungsgebiet im Phasendiagramm kleiner wird und damit ein texturiertes und aus groben Körnern bestehendes Gefüge wesentlich leichter herzustellen ist⁶, zum anderen steigt der elektrische Widerstand mit der Einbringung von Silizium stark an⁷. Zwar sinken im Material die für die magnetische Funktion wichtigen Werte der Sättigungsmagnetisierung und Curietemperatur (siehe Kapitel 5.1), aber der Hauptvorteil besteht im Verschwinden der Magnetostraktion - einer durch Ummagnetisierung hervorgerufenen Geometrieänderung eines magnetischen Materials, welche z.B. das Geräusch (Brummen) eines Transformators erzeugen. Die Ausschaltung dieses Effektes wird in der Praxis grundsätzlich gefordert, jedoch ist sie bei der Verwendung von Blechen praktisch nicht möglich: ein Eisenblech mit einem Siliziumgehalt von 6,8% weist eine so hohe Sprödigkeit auf, dass eine mechanische Bearbeitung nicht mehr möglich ist. Hierbei stellt die Verwendung eines weichmagnetisch wirksamen thermoplastischen Compounds eine interessante Alternative dar, auch wenn das Material zunächst nicht die gleiche magnetische Leistungsfähigkeit zeigt wie ein Transformatorblech. Dies ist hauptsächlich darauf zurückzuführen, dass das weichmagnetische Material als Partikel im Thermoplasten gebunden ist; die Störungen des Magnetflusses durch die Partikelgrenzen und den umhüllenden Kunststoff bewirken eine niedrigere Permeabilität. Ausführlich werden diese Sachverhalte im Kapitel 5.1 dargestellt. An dieser Stelle sei jedoch bemerkt, dass die Funktion eines weichmagnetischen Compounds wesentlich stärker von einer hohen Füllung bestimmt wird als ein kunststoffgebundener Hartmagnet⁸.

Werden die Erfahrungen aus der Baustofflehre auf das in dieser Arbeit betrachte-

⁵Würde das Kollektiv in Kugeln gleicher Größe aufgeteilt werden, so dass sich beide spezifischen Oberflächen entsprechen würden, hätten diese Kugeln den Durchmesser d_{32} . Dieser ist proportional zu Volumen und Oberfläche, also x^3 zu x^2 . Daher wird der Sauterdurchmesser mit d_{32} oder $d_{3,2}$ abgekürzt.

⁶Die positiven Auswirkungen großer Körner im Materialgefüge auf das magnetische Verhalten wird ebenfalls in Kapitel 5.1 dieser Arbeit erläutert. Die weitere Erläuterung der Phasenumwandlungen bei einer Eisen-Silizium-Schmelze sollen der Fachliteratur [Boz68] vorbehalten bleiben. Sie tragen zum Ziel der Arbeit nicht wesentlich bei.

⁷Die Vorteile bei einem erhöhten elektrischen Widerstand liegen in der Verwendung des Materials als magnetischem Leiter, der jedoch gleichzeitig eine elektrische Isolierung darstellt.

⁸Der Einsatz von kunststoffgebundenen Hartmagneten ist aus diesem Grund wesentlich weiter verbreitet und findet bereits zahlreiche Anwendungen [OR200]. Jedoch finden auch die weichmagnetischen Compounds immer breitere Anwendungsfelder [Gro03].

te Materialgemisch aus Eisensilizium (FeSi) und Polypropylen (PP) angewandt, so ist zunächst zu beachten, dass anstelle eines feinkörnigen Binders ein schmelzflüssiger Thermoplast als Matrixmaterial vorliegt. Zwar ist die Fullerverteilung grundsätzlich geeignet, die dichteste Packung der realen Kugelschüttung zu beschreiben, jedoch wird sie in der Praxis nur als erster Näherungswert verwendet. Je nach Anwendungsgebiet wird das partikelförmig vorliegende Material empirisch optimiert, wobei gilt, dass eine besonders fließfähige Mischung durch die Anhebung der Partikelmengen im Feinkornbereich erlangt wird [N.N04c].

Ein Vergleich der Fullerkurve mit der Partikelgrößenverteilung von FeSi6,8 als Gegenstand dieser Arbeit [N.N03c] in Abbildung 2.8 zeigt erhebliche Abweichungen. Im Bereich oberhalb von etwa $87\ \mu\text{m}$ liegen Partikel vor, die größer sind, als die Fullerkurve vorschlägt. Unterhalb von $87\ \mu\text{m}$ ist die Größenverteilung durch wesentlich weniger feinkörnige Partikel gekennzeichnet.

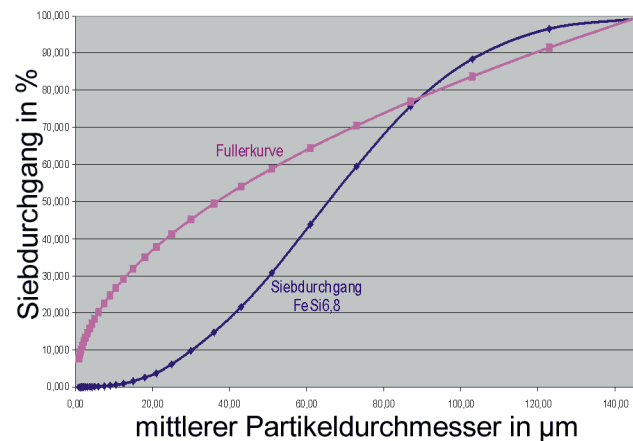


Abbildung 2.8: Fullerkurve für $d_{max} = 147\mu_m$ und Partikelgrößenverteilungskurve von FeSi6,8

Die Erreichung eines möglichst hohen Füllgrads ist nur eine der Anforderungen an das Material. Unter anderem beschreibt das Kapitel 5.3, welche weiteren Zusammenhänge gelten. Ohne hierbei vorgreifen zu wollen, sei bemerkt, dass ein ungestörter Magnetfluss nur im weichmagnetischen Partikel selbst möglich ist. Der Forderung nach möglichst vielen kleinen Partikeln in einer Schüttung zum Erreichen einer hohen Füllung steht funktional im Gegensatz zur Notwendigkeit möglichst vieler großer Partikel.

Mittels einer rechnergestützten Simulation, die sich auf numerische Verfahren stützt, kann die dichteste Packung einer real vorliegenden Korngrößenverteilung eines Pulvers angenähert werden [Dra03]. Ein festgelegter Simulationsraum sphärischer Geometrie, welcher zwar eine endliche, aber die reale Schüttung ausreichend beschreibende Anzahl von Partikeln aus n vorliegenden Siebfractionen enthält, wird mit Kugeln aufgefüllt. Eine Überlappung von Partikeln wird ausgeschlossen. Abbildung 2.9 zeigt beispielhaft einen solchen Simulationsraum.

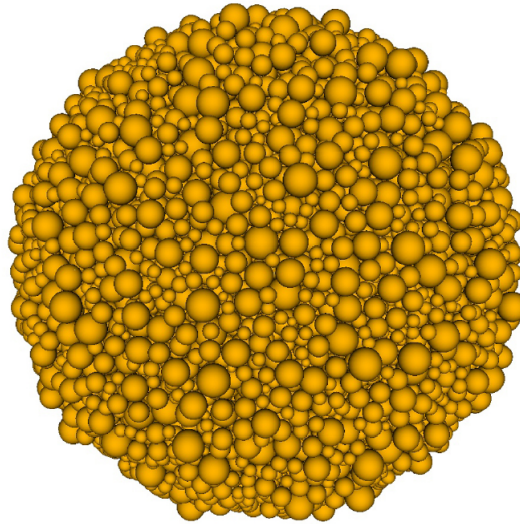


Abbildung 2.9: Sphärischer Simulationsraum eines durch seine Korngrößenverteilung beschriebenen Pulvers, 17.598 Partikel eingefügt, Radius = 800 μm [Dra03]

Die Verteilung liegt im hier beschriebenen Fall in Form einer ersten Siebanalyse vor. Bei dieser wurden die in Tabelle 2.2 beschriebenen Partikelgrößen und -anzahlen verwendet. Sie entsprechen der realen Verteilung von FeSi6,8.

Tabelle 2.2: Repräsentation der Verteilung FeSi6,8

| Partikelzahl | Korngröße in μm |
|--------------|----------------------------|
| 3 | 98 |
| 7 | 82,5 |
| 21 | 64 |
| 17 | 49 |
| 29 | 40,5 |
| 24 | 28 |

Der Radius des Simulationsraumes betrug $800\ \mu\text{m}$. Bei der Integration eines Partikels in die Packung wurde zufallsgesteuert ein bereits vorhandenes Partikel für einen ersten Kontaktpunkt ausgewählt, und 1500 Positionen wurden in der lokalen Umgebung ohne Überlappungen geprüft. Nach 2000 aufeinander folgenden Versuchen, ein weiteres Partikel in die Packung ohne Überlappung zu integrieren, wird der Simulationsraum als gefüllt betrachtet [Dra03].

Die in dieser Simulation errechnete Packungsdichte betrug 62,2 Volumenprozent und stimmt mit den Messungen der Schüttdichte erstaunlich gut überein. Allerdings wird durch diese Simulation, welche ihrer Natur nach eine rein mathematische ist, die Sachlage des erwähnten Schüttdichteparadoxons nicht erhellt. Die Simulation ist gänzlich unabhängig von einem in das hergestellte Compound eingebrachten Gleitfilm. Offensichtlich müssen Auswirkungen von Scherenergie und wirkendem Druck einen deutlichen Einfluss auf die Schüttung ausüben, der mit den theoretischen Kugelkontakten nicht ohne weiteres zu erklären ist.

Wie sich die Verteilung der Füllstoffpartikel in einem aus dem hochgefüllten Compound spritzgegossenen Bauteil tatsächlich darstellt, zeigt die Abbildung 2.10. Das Bild zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Ansicht einer Bruchfläche des Bauteils. In dieser sind neben den aus der Bildebene herausstehenden eigentlichen Partikeln auch die Abdrücke der beim Bruch aus dem Verbund herausgerissenen Partikel zu sehen. Die Partikel selbst und die Abdrücke ergeben zusammen das relativ geschlossene Bild der Partikelverteilung im Compound. Neben Füllstoff und Matrix ist jedoch auch ein deutliches Porenvolumen zu erkennen, welches vorzugsweise in den Zwickeln der Kugeln auftritt. Trotz einer intensiven Vermischung gelingt es nicht, dieses Porenvolumen restlos auszuschließen.

2.2 Thermoplaste

Im Bereich der hoch- und ultrahochgefüllten Kunststoffe überwiegen heute die Anwendungen für das Pulvermetall- (PIM) und Keramikspritzgießen (CIM) deutlich. In seiner Arbeit über das *Pulvermetallspritzgießen in der Mikrotechnik* beschreibt Benzler [Ben01] unter anderem die unterschiedlichen Arten von Bindersystemen, die es heute auf dem Markt gibt und die sich anwendungstechnisch durchgesetzt haben.

Thermoplaste können als Bindemittel thermisch oder über das Lösen in organischen Lösungsmitteln entbindert werden und werden kommerziell eingesetzt. Paraffine mit ebenfalls thermischer Entbinderung sind beim Pulverspritzgießen auch im Einsatz, zeigen als Matrixmaterial jedoch deutlich geringere mechanische Festigkeiten beim sogenannten Grünling. Wasserlösliche Polysaccharide, die in einem Trocknungsprozess entbindert werden können, sind, ebenso wie wasserbasierte Binder mit der Möglichkeit einer Gefriertrocknung denkbar, jedoch kommerziell noch nicht im Einsatz. Polyacetale mit

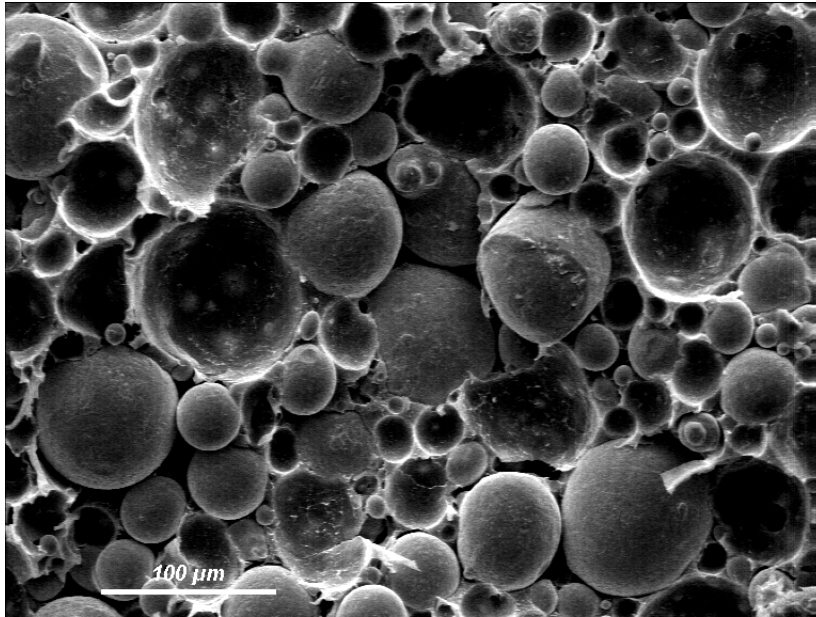


Abbildung 2.10: REM-Aufnahme einer Bruchfläche eines Bauteils aus hochgefülltem FeSi-PP-Compound

katalytischer Entbinderung erfordern hohe Investitionskosten, bieten jedoch Vorteile bei der Entbinderungszeit. Ebenso wie thermisch zu entbindernde Acrylate ist die Zahl der Anwendungen von Polyacetalen noch gering. Thermoplastische präkeramische Polymere werden ebenfalls eingesetzt und bieten deutliche Vorteile durch geringen Sinterschrumpf. Ihre Zersetzungsprodukte verbleiben nach dem Sintern in der Keramikstruktur und stellen somit einen mehrfach funktionalen Anteil dar: Fließhilfsmittel, Binder und später Teil der keramischen Masse, was im Hinblick auf eine gezielte Schwindung von Vorteil sein kann.

Diese Anforderungen stehen bei allen Verfahren im Vordergrund, die sich mit der Austreibung der Fließhilfsstoffe zur Erlangung eines fertigen Bauteils auseinandersetzen müssen. Verbleibt jedoch die Matrix im Bauteil, stellt sie selbst die Komponente dar, welche die mechanische Festigkeit und oft auch die Warmformbeständigkeit des ganzen Bauteils ausmacht. Ihre Eigenschaften sind nicht nur über die gesamte Lebensdauer relevant, sondern bestimmen maßgeblich mit, welche Verarbeitungsverfahren und -parameter zum Tragen kommen.

2.2.1 Polypropylen

Polypropylen (PP) ist neben dem bedeutendsten polyolefinischen Kunststoff, dem Polyethylen (PE), gekennzeichnet durch eine niedrige Dichte, eine vergleichsweise hohe Glasübergangstemperatur, einer weitgehenden Spannungsrissempfindlichkeit, aber einer starken Neigung zur thermischen Oxidation. Die Polyolefine PE und PP sind aus-

gesprochene Standardkunststoffe, die in großen Mengen eingesetzt werden. Sie sind vielfältig durch chemische Modifikationen und Füllstoffe in den unterschiedlichsten Anwendungen vertreten, zeichnen sich jedoch gegenüber den technischen- oder Hochtemperaturkunststoffen durch einen thermisch sehr begrenzten Einsatzbereich aus. Ihre Chemikalienbeständigkeit und geringe Wasseraufnahme machen sie jedoch auch in technischen Anwendungen hinreichend interessant [Dom92].

Ein Polypropylen-Homopolymerisat mag als thermoplastische Matrix wegen seiner nur begrenzten Beständigkeit in der Wärme mit 105°C (siehe nachfolgendes Eigenschaftsspektrum) für elektrotechnische oder elektronische Anwendungen nur bedingt geeignet erscheinen. Jedoch ist es gerade der niedrige Schmelzpunkt, welcher einen Kompromiss darstellen kann, wenn es neben der Erzeugung eines eigenständigen Bauteils zum Beispiel um das Umspritzen von lackisolierten Spulendrähten geht. PP kann bei Temperaturen von unter 200°C durch Spritzgießen verarbeitet werden; ein Lackdraht könnte in Bezug auf seine kurzzeitige Temperaturbeständigkeit dieser Beanspruchung widerstehen und damit das Compound für weitere wichtige Anwendungen zugänglich machen. Für grundsätzliche Untersuchungen ist PP ein allgemein gut geeigneter Thermoplast.

Das verwendete Polypropylen-Homopolymerisat DOW H734-52RNA zeichnet sich laut Datenblatt [N.N04a] durch das nachstehende Spektrum von Eigenschaften aus:

- Schmelzindex bei 230°C und 2,16 kg = 52 g/10 min,
- Dichte = 0,9 g/cm³,
- Kugeldruckhärte = 78 MPa,
- Streckspannung = 37 MPa bei 50 mm/min,
- Dehnung an der Elastizitätsgrenze = 9 %,
- Biege-E-Modul = 1650 MPa,
- Wärmeformbeständigkeit bei 0,46 MPa = 105°C,
- VICAT-Erweichungstemperatur = 152°C,
- Kerbschlagzähigkeit nach CHARPY, 23°C = 2 kJ/m².

Das Eigenschaftsspektrum lässt sich selbstverständlich durch Füllstoffe in einem relativ weiten Rahmen einstellen. Die Verwendung dieses Materials führte im Verlauf der Untersuchungen zu sehr gut verarbeitbaren Compounds und Bauteilen ausreichender Festigkeit bei moderaten Herstellbedingungen.

2.3 Additive

Die richtige Wahl und Zusammenstellung von Verarbeitungshilfsstoffen ist einer der Schlüsselbereiche der Kunststoffverarbeitung allgemein. Ohne die Verwendung solcher, tatsächlich am besten als *Vitamine* zu bezeichnenden Substanzen, wäre nicht nur die Herstellung von Compounds, sondern die thermoplastische Verarbeitung von Kunststoffen allgemein nur sehr beschränkt möglich: sie wäre von deutlichen Einbußen der mechanischen Eigenschaften des Materials durch oxidativen Angriff gekennzeichnet [GR90].

2.3.1 Oxidation von Polypropylen

Polypropylen erweist sich in Abwesenheit von Sauerstoff als relativ thermostabil, ist jedoch sehr oxidationsempfindlich und kann ohne Stabilisation nicht verwendet werden [GR90]. Aus diesem Grund ist davon auszugehen, dass jedes verwendete Polypropylen für die Schmelzeverarbeitung nach seiner Synthese mit einem Stabilisator versehen wird.

Die Oxidation von Polypropylen verläuft nach einem festen Schema: Während der Verarbeitung können Scherkräfte und Wärme eine homolytische Spaltung von C–H oder C–C–H Bindungen verursachen, die zur Bildung von Makroalkylradikalen führen. In Gegenwart von Sauerstoff werden Hydroperoxide gebildet. Die Spaltung der Polymerkette ist das Ergebnis des monomolekularen Zerfalls der Makroalkylradikale. Bis zu einem gewissen Grad ist sogar die kristalline Phase eines Polymeren in diese Oxidationsreaktion einbezogen. Vorwiegend sind jedoch die amorphen Werkstoffbereiche betroffen.

Die chemischen Veränderungen infolge der thermischen Oxidation äußern sich in der Bildung von kettenendständigen Aldehyd-, Carbonyl-, Carbonsäure-, Ester- und Lactongruppen. Dies provoziert eine Spaltung der Hauptkette des Polymeren, eine damit verbundene Abnahme der Molmasse und Einbußen in den mechanischen Eigenschaften.

Antioxidantien werden beschrieben als chemische Verbindungen, die in diesen Kettenfortpflanzungsschritt eingreifen. Dies ist sowohl vorbeugend, als auch durch direkte Inaktivierung durch Reaktion mit den Hydroperoxidgruppen möglich. Hierbei unterscheidet sich der kettenbrechende Donator- vom Akzeptormechanismus. Phosphite sind typische Vertreter dieser Chemikalien. Sie reduzieren die Hydroperoxide zu Alkoholen, welche keine schädigende Wirkung mehr auf die Polymerketten haben.

Die Kombination von primär und sekundär wirkenden Antioxidantien ergibt synergetische Effekte: die sekundären Antioxidantien mindern als Hydroperoxidzerstörer die Häufigkeit von Kettenverzweigungsreaktionen.

An die Antioxidantien selbst sind besondere Anforderungen gestellt: Sie sollten keine Eigenfarbe aufweisen, müssen selbst über eine hohe thermische Stabilität verfügen, die kurzfristig bei 300°C liegen sollte, dürfen nur eine geringe Hydrolyseneigung haben, dürfen nicht zur Verflüchtigung neigen, müssen im Polymer löslich und mit ihm

verträglich sein, um Ausblühungen zu verhindern und dürfen nicht zur Migration und Extraktion neigen. Die Erfüllung dieser Bandbreite der Anforderungen wird dadurch erschwert, dass Additive zumeist polaren Charakter haben, während die Polymere meist unpolar sind.

2.3.2 Die Einflüsse von Metallen

Praktisch jeder Kunststoff kommt während seiner Verarbeitung mit Metallen in Kontakt. Metalle wirken jedoch als aktive Katalysatoren bei der Hydroperoxidzersetzung, die die Induktionsperiode der Sauerstoffaufnahme erheblich verkürzen. Besonders aktiv sind dabei Metalle, die leicht oxidiert oder reduziert werden können und deren verschiedene Wertigkeitsstufen vergleichbare Stabilitäten besitzen. Hierunter fallen die Metalle Eisen, Kobalt, Mangan, Kupfer und Vanadium - klassische Konstruktions- und Legierungsmetalle im Kunststoffmaschinenbau.

Die metallkatalysierte thermische Oxidation von Polypropylen kann durch den Zusatz von sterisch gehinderten Phenolen oder aromatischen Diaminen auch bei Erhöhung der Konzentration nur unzureichend verzögert werden. Aus diesem Grund werden Metall-desaktivatoren verwendet, die mit dem katalytisch aktiven Metall einen Komplex bilden, der keine oder nur noch unwesentliche Aktivität mehr besitzt. Die Wirkungsweise solcher Chelatbildner kann dadurch veranschaulicht werden, dass sich das Additiv wie eine Schere (*Chele*, griech. „Schere“) um das Metallion legt und dadurch die katalytische Wirkung inaktiviert.

Metalldesaktivatoren müssen, ebenso wie die Antioxidantien, alle Anforderungen über ausreichende Löslichkeit, leichte Dispergierbarkeit, gute Verträglichkeit zum Polymer, hohe Extraktionsbeständigkeit, keine Flüchtigkeit, keine Eigenfarbe, ausreichende thermische Beständigkeit und sichere Handhabung aufweisen.

2.3.3 Gleitmittel

Die gezielte Beeinflussung des rheologischen Verhaltens von Kunststoffschmelzen erfolgt durch Zusatzstoffe, die im Allgemeinen Gleitmittel genannt werden. In der Regel ist damit die Produktgruppe der Wachse gemeint. Neben der oft gewünschten Gleitwirkung an Maschinenteilen und Oberflächen bei der Verarbeitung haben Gleitmittel oft auch oberflächenaktivierende Eigenschaften, welche die Dispergierung von Füllstoffen erleichtern. Gleitmittel schmelzen deutlich unterhalb der Verarbeitungstemperatur der Kunststoffe.

Der Definition bedürfen die Ausdrücke *interne* und *externe* Gleitmittel: Während externe Gleitmittel eine Entformung des Bauteils aus der Form unterstützen und zumeist aufgesprüht werden, sind interne Gleitmittel einem Compound zugesetzt. Letztere erniedrigen unter anderem die Viskosität der Schmelze durch die Herabsetzung der Reibung zwischen Partikeln und auch Polymerketten [Ric99], tragen zur Scherverdünnung

bei, mindern die Dissipation oder helfen, Reibung zu vermindern.

Bei den Gleitmitteln ist nach dem molekularen Aufbau besonders die Polarität entscheidend für die Wirkung. Oxidierte Polyethylenwachse werden in einer großen Bandbreite an Molekulargewichten, Verzweigungsgraden, Copolymeren und Säurezahlen angeboten, polar modifizierte Polypropylenwachse mit gepfropftem Maleinsäureanhydrid, Amidwachse, Calciumstearat, Glycerinmonostearat, Montansäureester und dessen Komplexe sowie Pentaerythritester sind nur einige der auf dem Markt erhältlichen Gleitmittel für die Kunststoffverarbeitung [Ric99].

2.3.4 Die gewählte Additivzusammenstellung

Bei der Herstellung weichmagnetisch ultrahoch gefüllter Thermoplaste ist die Verwendung von entsprechenden Hilfsstoffen zwingend notwendig. Aus der breiten Palette von chemischen Zusätzen für die unterschiedlichsten Anwendungen hat sich herausgestellt, dass die Verwendung von hauptsächlich drei Hilfsmitteltypen zum Erfolg in Bezug auf oxidativen Angriff der Polymermatrix und der Fließfähigkeit beitragen [Wen02]. Diese Substanzen sind eingetragene Zeichen und Handelswaren der Clariant Deutschland GmbH und werden unter den folgenden Namen vertrieben:

- Sandostab,
- Hostanox und
- Licowax.

Sandostab P-EPQ ist ein phosphorbasiertes sekundäres Antioxidans. Der Phosphorgehalt des Materials liegt bei 5,4 bis 5,9 %. Als weitere Substanz enthält das Additiv 2,4-di-tert-butylphenol mit einem Gehalt von max. 3,5 %. Durch diese Zusammenstellung wird eine thermische Degradation des Polypropylens mit einer einhergehenden Gelbverfärbung während der Verarbeitung über die Schmelze verhindert. Das phenolische Antioxidans *Hostanox O10* dient in einem weiten Prozessbereich der thermischen Langzeitstabilisation von Polyolefinen. *Hostanox OSP 1* ist ein Phosphorsäureester eines schwefelhaltigen Bisphenols und wirkt als Metalldesaktivator. Der schwefelhaltige Co-Stabilisator *Hostanox SE 10* unterstützt die Wirkungsweise von *Hostanox OSP 1*. *Licowax OP* dient bei dieser Anwendung als universelles Gleitmittel. Die Substanz aus Esterwachs (Ester von Fettsäuren mit langkettigen Alkoholen) erhöht das innere und äußere Gleitverhalten und dient außerdem als Korrosionsschutzmittel. Licowax wird zwischen 96 und 102°C schmelzflüssig und besitzt bei 120°C eine dynamische Viskosität von 0,3 Pa s [N.N04b].

Die mengenbezogene Zusammenstellung der Additive wurde in Vorarbeiten [Wen02] optimiert. Als geeignete Zusammenstellung haben sich die in Tabelle 2.3 angegebenen Mengen, bezogen auf die Massen des eingesetzten Polymeren, bewährt.

Tabelle 2.3: Repräsentation der Verteilung FeSi6,8

| Additivbezeichnung | Menge in Massenprozent |
|--------------------|------------------------|
| Sandostab P-EPQ | 0,1 |
| Hostanox O10 | 0,5 |
| Hostanox SE4 | 0,5 |
| Licowax OP | 1,0 |
| Hostanox OSP1 | 0,3 |

In diesem Kapitel wurde neben der Definition aller Ausgangsmaterialien verdeutlicht, welchen Einfluss die Gestalt weichmagnetisch wirksamer thermoplastischer Compounds auf den volumetrischen Füllgrad und die anzunehmende Funktion haben. Für die erfolgreiche Zusammenstellung eines solchen Verbundwerkstoffes sei damit die Basis gelegt. Bevor sich die vorliegende Arbeit aber mit der Herstellung und Verarbeitung des Materials zu funktionsfähigen Formteilen beschäftigt, müssen einige Voraussetzungen über das thermoplastische Fließen erläutert werden. Diese Informationen zur Rheologie werden im folgenden Kapitel dargestellt.

3 Rheologie gefüllter Schmelzen

„Pánta Rhei” - alles fließt.

Der Begriff der Rheologie wurde von Eugene C. Bingham im Jahre 1929 eingeführt. Seitdem ist durch die *Lehre vom Fließen* definiert, was einen Fließvorgang eines Körpers beschreibt und charakterisiert. Nach Heraklits Aussage wurde die Fragestellung des Fließens nicht nur um 70 v.Chr. von Lucretius erfasst (seine Schrift „Über die Natur der Dinge” stellt sich dem Fließen von Wein und Olivenöl), sondern auch der Hooke’sche Festkörper („Ut tensio, sic vis”: wie die Spannung, so die Verformung, 1678), Newtons Impuls- und Drallsatz (1687), Eulers Bewegungsgleichung für reibungsfreie Fluide (1745), die lineare Elastizitätstheorie von Navier, Poisson und Cauchy (1820), die reale Fluidbeschreibung von Stokes (1845), Maxwells lineare Viskoelastizitätstheorie (1867), Einsteins Suspensionstheorie (1905) und Buckingham’s Plastizitätstheorie bei hochkonzentrierten Suspensionen (1921): alles arbeitete auf eine eigene Wissenschaft, die Rheologie, hin [Jis99].

Das „Pitch Drop Experiment” [N.N04e], das im Jahre 1927 von Professor Thomas Parnell an der Universität von Queensland begonnen wurde, existiert noch heute (siehe Abbildung 3.1); es verbindet in einzigartiger Weise die Zeit der Etablierung der Rheologie in den 1930er Jahren mit dem „Alles fließt” - nur manchmal braucht es seine Zeit. Seit dem Start des Experiments sind insgesamt acht Tropfen des bei Raumtemperatur vermeintlich festen Pechs durch einen Glastrichter in ein darunter stehendes Becherglas gefallen. Das direkte Fallen eines Tropfens ist bislang noch nicht beobachtet worden; im Vergleich zur Fließgeschwindigkeit des Pechs ist die eigentliche Fallzeit eines Tropfens mit ca. 100 Millisekunden verschwindend gering. Aufgrund der in den 1980er Jahren installierten Klimaanlage im betreffenden Hochschulgebäude hat die Tropfenfrequenz ohne die heißen australischen Sommer noch deutlich abgenommen. 1988 ist der letzte Tropfen gefallen - das Experiment wird nach Schätzungen der heute in Queensland arbeitenden Physiker noch mindestens 100 Jahre andauern.

Das Pechtropfenexperiment beschreibt jedoch weniger das Fließen als das Kriechen eines Materials, also die Retardation bei konstanter Spannung (hier die Gewichtskraft durch das Eigengewicht des Pechs). In diesem Fall nimmt die Dehnung ϵ , welche als langsames Fließen angesehen werden kann, mit der Zeit zu: $\epsilon = f(t)$. Bei einem Thermoplasten wie Pech ist der komplexe Elastizitätsmodul, also die Eigenschaft des aus Makromolekülen bestehenden Stoffs, elastisch und plastisch zu reagieren, abhängig von Temperatur und Zeit, über die eine Belastung einwirkt. Grundsätzlich kann die Zeit- und Temperaturabhängigkeit, wie in Bild 3.2 gezeigt, beschrieben werden. Steigen die Werte



Abbildung 3.1: Das Pitch Drop Experiment der Universität von Queensland, Australien [N.N04e]

für Zeit und Temperatur, so nimmt der in bestimmten Bereichen konstante E-Modul des Materials deutlich ab. Was in der Darstellung für Polyethylen gezeigt ist, gilt mit materialspezifischen Besonderheiten ebenso für das Pech. Beim Pechtropfenexperiment wirken im Moment beide Faktoren darauf hin, dass der nächste Tropfen noch auf sich warten lässt: eine künstlich niedrigere Temperatur durch Klimatisierung ebenso wie die durch die bisher gefallen Tropfen abnehmende Eigengewichtskraft.

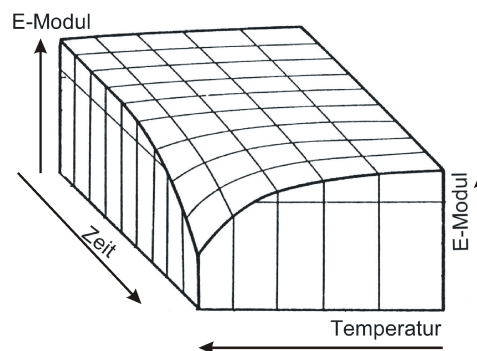


Abbildung 3.2: Schema der grundsätzlichen Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von Zeit und Temperatur bei Polyethylen niedriger Dichte [Ret92]

Allgemein stellt sich das temperaturabhängige Verhalten von teilkristallinen Kunststoffen wie folgt dar: das Volumen steigt stetig mit der Temperaturerhöhung aufgrund

der thermischen Bewegung der Makromoleküle und des ansteigenden Freien Volumens¹. Oberhalb der Glasübergangstemperatur T_G nimmt die Elastizität des Festkörpers ab, bis er bei der Erweichungstemperatur T_E plastisch verformbar wird. Oberhalb der Kristallitschmelztemperatur T_S geht das Material in die Schmelzphase über. Die Kristallbindungsenergie sinkt schlagartig. Abbildung 3.3 zeigt die Verläufe schematisch.

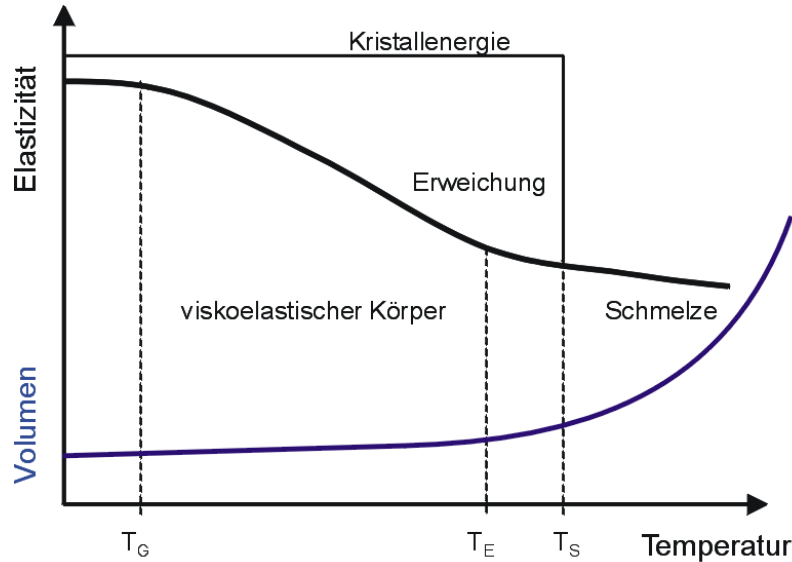


Abbildung 3.3: Schematischer Verlauf von Elastizität, Volumen und Kristallbindungsenergie eines teilkristallinen Kunststoffes aufgetragen über der Temperatur [Fur03]

Für die vorliegende Untersuchung ist neben einem tieferen Verständnis über Kriech- und Fließvorgänge die Beeinflussung des Fließverhaltens von Kunststoffschmelzen durch die Einbringung von Füllstoffen maßgeblich. Diese ist Gegenstand zahlreicher Forschungen - die Zielsetzungen der einzelnen Arbeitsgebiete variieren dabei erheblich. Neben grundsätzlichen Beschreibungen der beeinflussten Fließeigenschaften durch Kulicke [Kul86], Shenoy [She99], Hochstein [Hoc97] oder Geisbüsch [Gei82], die umfassende Untersuchungen gefüllter Schmelzen bzw. hochgefüllter Suspensionen unternommen haben, sind viele spezielle, teils sehr anwendungsorientierte Themen behandelt worden. Unter anderem ist die Rheologie gefüllter Elastomersysteme ein zentraler Punkt in der Forschung, befasst sie sich doch mit dem umfassenden Anwendungsfeld der Fahrzeugbereifung. Eggers hat in seiner Dissertationsschrift [Egg96] eine umfassende Darstellung des Füllstoffeinflusses auf Kautschukschmelzen erarbeitet.

¹Freies Volumen ist aus thermodynamischen Gründen, nämlich Schwingungen der Moleküle, für Kunststoffe charakteristisch: es sind Leerstellen zwischen den Makromolekülen [Ret91, Eng00]. Mit einem Anteil von rund 2% im Feststoff ist es unter anderem dafür verantwortlich, dass niedermolekulare Gase durch eine Kunststoffschicht dringen können.

Die oben genannten Arbeiten sind zwar nicht in allen Punkten mit den in dieser Arbeit vorgestellten Materialien, Füllstoffen und Anwendungszwecken vergleichbar, jedoch sind viele Erfahrungen über das Fließen einer strukturviskosen Matrix, die mit unverformten und unverformbaren Partikeln beladen ist, wichtig und übertragbar.

Ein viskoelastisches Verhalten ist dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktion auf eine Deformation teilweise viskos wie eine Flüssigkeit und teilweise elastisch wie ein Festkörper ist [She99]. Eine ideal viskose Flüssigkeit würde die Deformationsenergie komplett in ihrem System dissipieren, während ein ideal elastischer Körper diese für die vollständig reversible Rückformung in den Ausgangszustand nutzen würde. Polymere Materialien weisen eine Art Zwischenzustand auf. Wie das Material reagiert, ist von seiner eigenen Zeitkonstante λ_c abhängig. Das Verhältnis zwischen dieser Konstanten und der Einwirkungszeit der aufgetragenen Deformation λ_s wird *Deborahzahl* genannt.

$$De = \frac{\lambda_c}{\lambda_s} \quad (3.1)$$

Die charakteristische Zeit λ_c eines Materials wird bestimmt durch die Zeit, die das Material benötigt, um eine aufgetragene Verformung zu $(1 - \frac{1}{e})$, bzw. 63,2% zurückzubilden. Für $De > 1$ gilt das Material als dominant elastisch, für $De < 0,5$ dominant viskos. Jeder Wert zwischen diesen Extrema kennzeichnet viskoelastisches Verhalten. Anschaulich wird der Effekt bei der in der Kunststofftechnik hinlänglich bekannten Strangaufweitung einer Schmelze dargestellt. Abbildung 3.4 zeigt das Verhalten einer durch zwei unterschiedliche Düsenlängen ausgetragenen polymeren Schmelze.

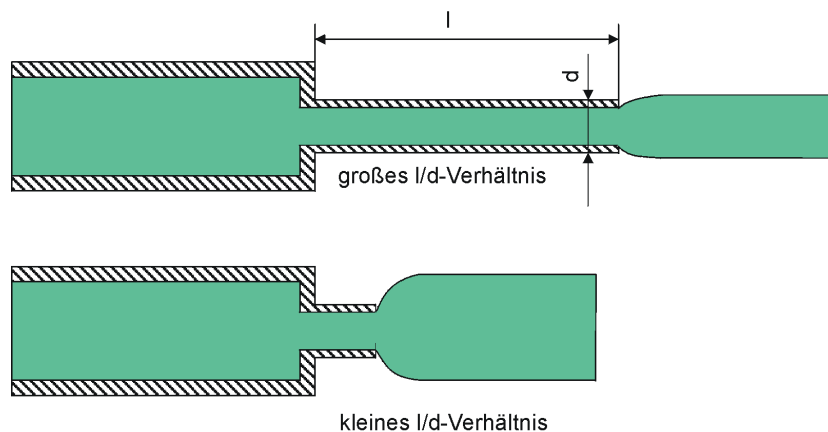


Abbildung 3.4: Strangaufweitungen einer polymeren Schmelze durch zwei unterschiedliche Düsenlängen, u.a. in [Men79]

Bei einem großen l/d -Verhältnis ist die Einwirkungszeit der Deformation bei konstantem Volumenstrom größer als bei einem kleinen l/d -Verhältnis. Durch das viskoelastische Materialverhalten wird der Strang dann weniger stark aufgeweitet - es war ausreichend Zeit vorhanden, Umlagerungs- und Abgleitprozesse der Makromoleküle in der Schmelze

zuzulassen. Das viskoelastische Verhalten von Polymeren wird durch bestimmte Modelle beschrieben (siehe Kapitel 3.2).

Der Vollständigkeit halber sollen an dieser Stelle noch die Begriffe Thixotropie und Rheopexie beschrieben werden. Unter Thixotropie versteht man, dass ein Gel durch eine aufgebrachte Bewegung in eine Flüssigkeit übergeht. Rheopexie ist die Inversion von Thixotropie, also eine Fließversteifung [Zai97].

3.1 Ungefüllte Polymerschmelzen

Als Voraussetzung für die Beschreibung des Fließverhaltens von gefüllten Thermoplastschmelzen muss das der ungefüllten zugrunde gelegt werden (u.a. in [Mor01, Mac94]).

Ideale Festkörper, die einer Schubspannung τ unterworfen werden, reagieren mit einer bestimmten Verformung, die durch ihren Schubmodul bestimmt wird. Abbildung 3.5 zeigt die klassische Abbildung zur Erklärung der Deformation eines Festkörpers durch eine angreifende Schubspannung [Sch04b]. Hierbei gilt:

$$\tau = G \cdot \frac{\Delta L}{\Delta y} = G \cdot \tan \alpha \approx G \cdot \gamma \quad (3.2)$$

mit τ = Schubspannung in Pa, G = Schubmodul in Pa, $\gamma = \frac{dL}{dy}$ = Verformung, bzw. Scherung und y = Höhe des Festkörpers in m.

Für eine ideale Flüssigkeit gilt das Newton'sche Grundgesetz der Viskosimetrie: Schubspannung = dynamische Viskosität in Pa s · Geschwindigkeitsgefälle (bzw. Schergeschwindigkeit) in $\frac{1}{s}$:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}. \quad (3.3)$$

Die dynamische Viskosität eines Stoffes η und seine kinematische Viskosität sind über die Dichte ρ in $\frac{kg}{m^3}$ verknüpft. Die kinematische Viskosität wird als Maß für die innere Reibung des Stoffes in Kapillarrheometern gemessen:

$$v = \frac{\eta}{\rho}. \quad (3.4)$$

Das Modell des Fließens einer Flüssigkeit zwischen zwei planparallelen Platten (siehe Abbildung 3.6) veranschaulicht den Begriff der *Schergeschwindigkeit*. Zwischen der bewegten und der feststehenden Platte weist die Flüssigkeit ein kontinuierliches Schergeschwindigkeitsprofil zwischen der Geschwindigkeit $v = 0$ und $v = v_{max}$ auf. Damit ist $\dot{\gamma}$ eine Ortsfunktion.

Unterschiedliche Flüssigkeiten wie Wasser, Öl, Schmelzen oder Suspensionen verhalten sich in Abhängigkeit von der wirkenden Schergeschwindigkeit unterschiedlich. Abbildung 3.7 zeigt das charakteristische Verhalten von Fluiden anhand des Schubspannungs-

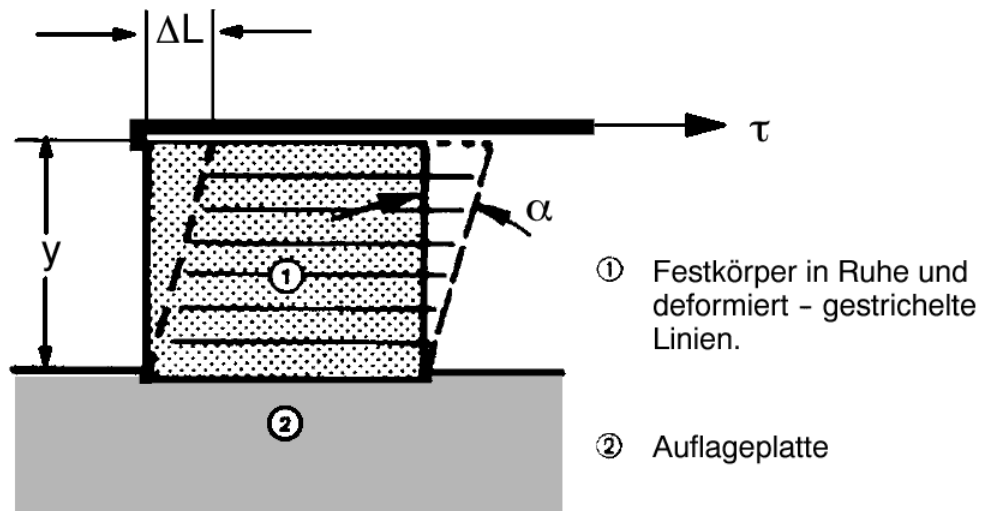


Abbildung 3.5: Festkörperdeformation durch eine angreifende Schubspannung [Sch04b]

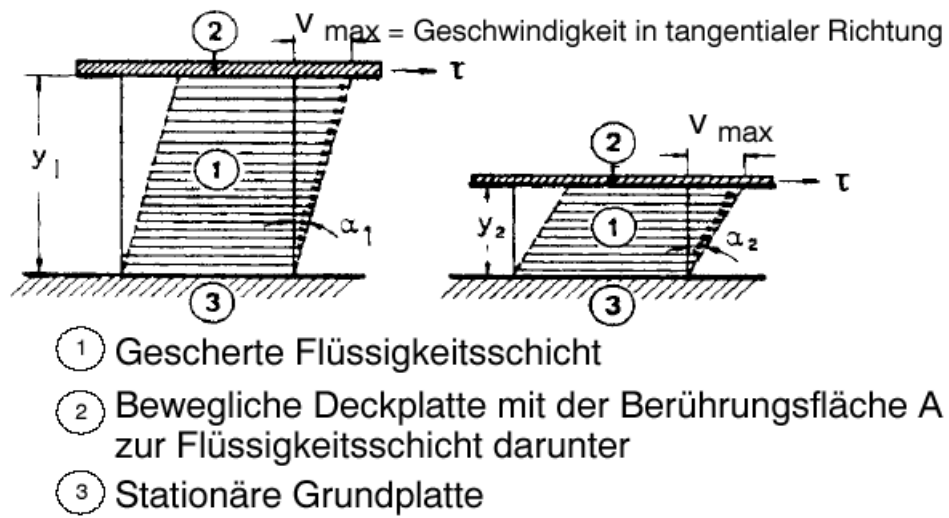


Abbildung 3.6: Fließen zwischen zwei Platten [Sch04b]

Schergeschwindigkeits- und des Viskositäts- Schergeschwindigkeits-Diagramms auf. Das newton'sche Verhalten zeichnet sich hierbei durch einen linearen Zusammenhang zwischen Schubspannung und Schergeschwindigkeit nach $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$ aus. Seine dynamische Viskosität ist über die Schergeschwindigkeit konstant. Dilatante Flüssigkeiten, zu denen zum Beispiel pastöse Lebensmittel gehören, nehmen in ihrer Schubspannung abhängig von $\dot{\gamma}$ hyperbolisch zu. Auch die dynamische Viskosität steigt hyperbolisch bei endlichem $\dot{\gamma}$. Eine strukturviskose Flüssigkeit wie zum Beispiel eine Polymerschmelze nähert sich, bezogen auf seine Schubspannung, bei endlichen Schergeschwindigkeiten einem Grenzwert an, d.h. seine dynamische Viskosität fällt bei steigendem $\dot{\gamma}$ auf einen relativ geringen Wert ab. Dieses Verhalten ermöglicht es erst, im Anwendungsfall Spritzgießen überhaupt dünnwandige Bauteile herstellen zu können, bei denen sehr lange Fließwege der Schmelze vorliegen.

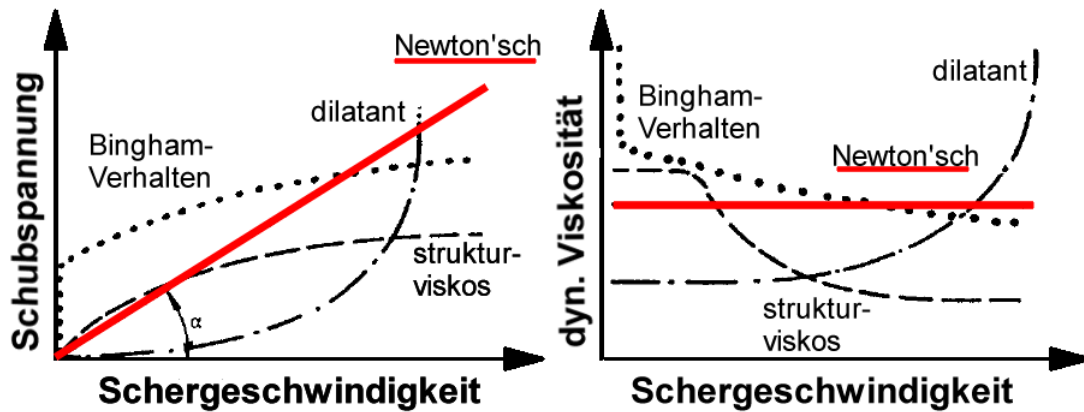


Abbildung 3.7: Schubspannungsverlauf (links) und dynamische Viskosität (rechts) von Beispielfluiden, aufgetragen gegen die Schergeschwindigkeit [Mor01]

Eine sehr anschauliche und umfassende Darstellung des Fließverhaltens von Polymerschmelzen findet sich unter anderem in der Dissertationsschrift von Lydia Duhm zum Thema „Fließverhalten von hochgefüllten Klebstoffsystemen“ [Duh94]: Neben dem erstmals von Bueche 1956 beschriebenen Zusammenhang zwischen den Ver- und Enthaltungsvorgängen der Makromoleküle beim Fließen, die nach Überschreitung einer kritischen Schergeschwindigkeit eine Abnahme der Viskosität um mehrere Dekaden verursachen (die sogenannte Scherverdünnung), wird die grundsätzliche mathematische Beschreibung der Viskositätskurve von Polymerschmelzen dargestellt. Für eine vertiefte Darstellung der mathematischen Darstellung des rheologischen Verhaltens von Polymerschmelzen sei die Abhandlung von Reher [Reh02] oder Plajer [Pla70] empfohlen.

Hierbei hat sich auf Basis des Potenzansatzes von Ostwald-de Waele 1977 der Ansatz von Carreau [Car97] entwickelt. Dieser löst unter anderem die bei der ersten Be-

schreibung aufgetretenen Probleme des unendlichen Viskositätsanstieges bei $\dot{\gamma} \rightarrow \infty$. Mit der Beschreibung nach Carreau liegt eine allgemein akzeptierte Form des Viskositätsverhaltens von Polymerschmelzen vor:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_0 [1 + (\tau_r \cdot \dot{\gamma})^2]^{(n-1)/2}. \quad (3.5)$$

τ_r ist hierbei die charakteristische Relaxationszeit der Schmelze in s, η_0 kennzeichnet die Nullviskosität bei $\dot{\gamma} \rightarrow 0 \text{ s}^{-1}$; für höhere Schergeschwindigkeiten geht der Verlauf der Viskosität in Abhängigkeit von $\dot{\gamma}$ in eine Gerade mit der Steigung $(n - 1)$ über.

Die Viskositätsfunktion ist grundsätzlich gekennzeichnet von der Nullviskosität der Schmelze, die bei Scherraten $\dot{\gamma} \rightarrow 0 \text{ s}^{-1}$ eintritt. Charakteristisch verhält sich die Viskosität, im doppeltlogarithmischen Maßstab aufgetragen, zunächst fast linear auf der Höhe der Nullviskosität, bevor sie bei der kritischen Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma} = (1/\tau_r)$ mit der Steigung $(n - 1)$ abfällt. Abbildung 3.8 zeigt den typischen Verlauf der Viskosität in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit bei Polymerschmelzen.

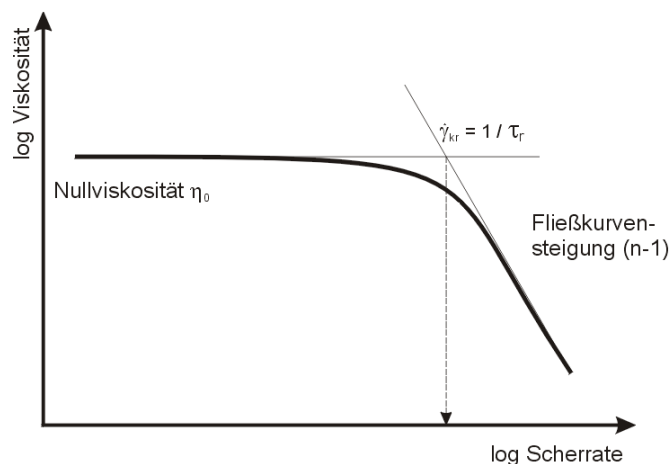


Abbildung 3.8: Schematischer Verlauf der Viskosität einer ungefüllten Polymerschmelze in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit [Car97]

Bei der Messung von Fließkurven existieren zahlreiche Phänomene, die zu einer ungenauen oder sogar falschen Interpretation der Ergebnisse führen können [Ald04]. Die bekannten Methoden, die Messergebnisse zu korrigieren, sind vielfältig. Bei einem newtonschen Fluid, welches in einem Diagramm der Scherspannung über die Schergeschwindigkeit wie bereits erwähnt theoretisch eine Gerade darstellt, machen sich die in Abbildung 3.9 gezeigten Einflüsse bemerkbar. Die wahre Messkurve ist in diesem Beispiel eine rein newton'sche. Bei Polymeren gilt allgemein ein viskoelastischer Verlauf; dieser wäre eine fehlerhafte Abweichung vom newton'schen Verlauf.

Ohne den folgenden Kapiteln vorgreifen zu wollen, sollen hier nur die grundsätzlichen Einflüsse auf eine rheologische Messung dargestellt werden, die es zu beachten gilt: Ein-

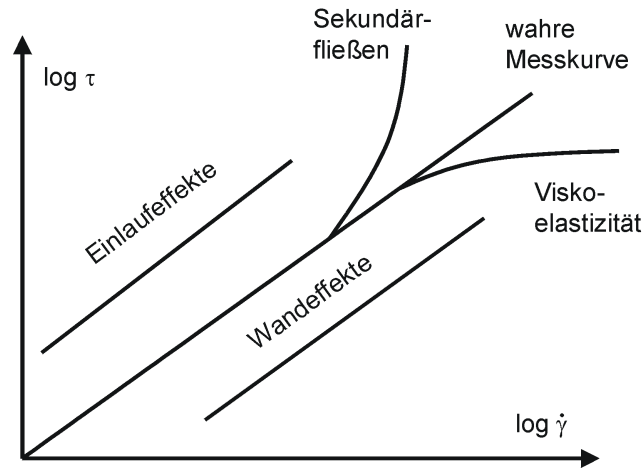


Abbildung 3.9: Fehlerquellen und ihre messtechnischen Auswirkungen bei der Fließkurvenmessung [Ald04]

lauffeffekte der Flüssigkeit in eine Messdüse lassen die Schubspannung zu höheren Werten verschoben erscheinen, als sie wirklich ist. Wandeffekte hingegen verschieben die Messung nach unten, also zu niedrigeren Schubspannungen. Eine auftretende Viskoelastizität, die bei rein newton'schen Flüssigkeiten nicht gegeben ist, zeigen bei höheren Schergeschwindigkeiten einen degressiven Abfall der Kurve, ein Sekundärfließen in der Strömung bedingt einen dilatanten Anstieg zu hohen Schubspannungen. All diese rheologischen Effekte müssen durch geeignete mathematische Methoden korrigiert werden. Die anzuwendenden Korrekturen werden in Kapitel 3.3.2 näher beschrieben.

3.2 Die Modelle für viskoelastisches Verhalten

Wie bereits erwähnt, ist ein viskoelastisches Verhalten eines Körpers eine Kombination von viskosem und elastischem Verhalten. Wird der Zusammenhang des Hooke'schen Gesetzes bei Scherung mit $\tau = G \cdot \gamma$ beschrieben und der des newtonschen Reibungsgesetzes mit $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$, dann findet sich die Kombination dieser Verhaltensweisen einerseits im Maxwell'schen Modell für viskoelastische Flüssigkeiten wieder:

$$\left(1 + \frac{\eta}{G} \frac{d}{dt}\right) \cdot \tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (3.6)$$

(dies ist die Serienschaltung einer Hookeschen Feder und eines Newtonschen Dämpfers, also die Addition der Verformungsgeschwindigkeiten) und andererseits im Voigt-Kelvin-Modell für viskoelastische Festkörper:

$$\tau = G \cdot \gamma + \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (3.7)$$

(die Parallelschaltung einer Hookeschen Feder und eines Newtonschen Dämpfers, also die Addition der auftretenden Spannungen) [N.N03d].

Die obigen Gleichungssysteme können nur unter bestimmten Randbedingungen gelöst werden, wobei als Materialkonstante der Relaxationsmodul $G(t)$ eingeführt wird. Dieser ist eine monoton abnehmende Funktion über die Zeit t . Im Spezialfall einer stationären Strömung ($\dot{\gamma} = \text{konstant}$) berechnet sich die Scherviskosität dann zu

$$\eta = \int_0^{\infty} G(t) dt. \quad (3.8)$$

Um die im Relaxationsmodul enthaltene Information zu bestimmen, werden die Grundversuche zum linear-viskoelastischen Verhalten durchgeführt: der in Abbildung 3.10 dargestellte Retardationsversuch, der in Abbildung 3.11 dargestellte Relaxationsversuch und der in Abbildung 3.12 dargestellte Kriechversuch.

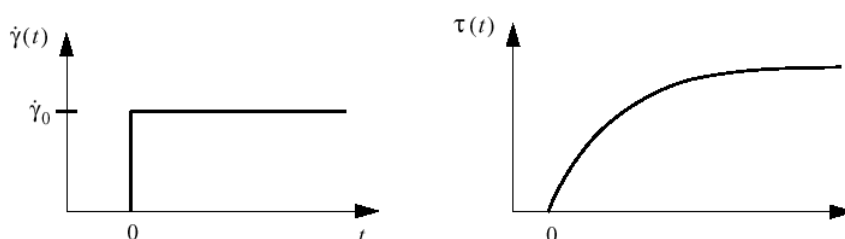


Abbildung 3.10: Retardationsversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d]

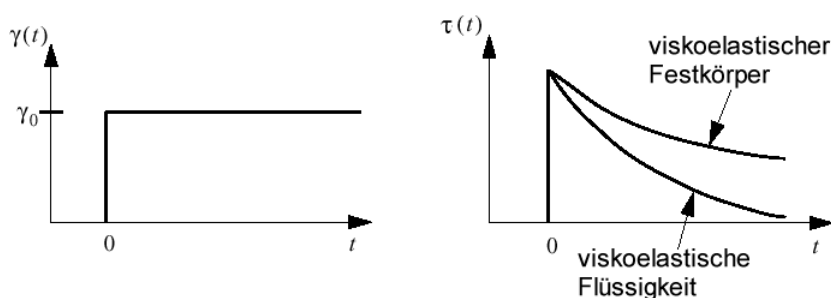


Abbildung 3.11: Relaxationsversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d]

Beim Relaxationsversuch wird eine zeitlich konstante Schergeschwindigkeit vorgegeben; die Antwort des Systems ist eine ansteigende und nach endlicher Zeit gegen einen endlichen Wert strebende Schubspannung. Beim Relaxationsversuch wird eine zeitlich konstante Scherung vorgegeben. Die Systemantwort ist eine abfallende e-Funktion der Schubspannung mit einem negativen Exponenten, der bei der viskoelastischen Flüssigkeit betragsmäßig größer ist als beim viskoelastischen Festkörper. Die Spannung im System *relaxiert*, sie entspannt sich.

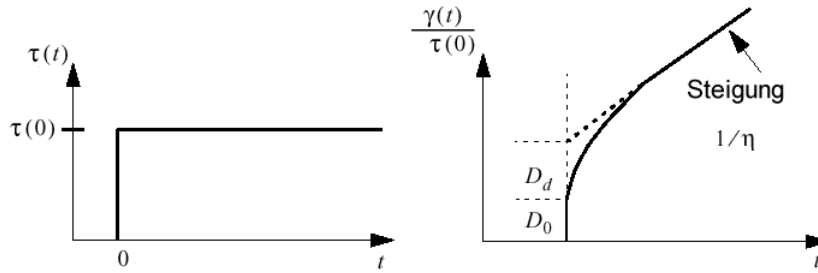


Abbildung 3.12: Kriechversuch zum linear-viskoelastischen Verhalten [N.N03d]

Beim Kriechversuch mit einer vorgegebenen und zeitlich konstant gehaltenen Schubspannung reagiert das System unmittelbar mit der *Sofortnachgiebigkeit* D_0 und danach mit der *verzögerten Nachgiebigkeit* D_d .

Die Modellvorstellungen, welche das Maxwell-, das Kelvin-Voigt- und das gekoppelte Werkstoffverhalten anschaulich beschreiben, ist in Abbildung 3.13 dargestellt. Wie beschrieben, stellt das Maxwell-Modell eine Serienschaltung von Feder und Dämpfer dar, während das Kelvin-Voigt-Modell eine Parallelschaltung dieser Komponenten ausdrückt. Die Kopplung der Modelle deckt das viskoelastische Verhalten modellgerecht ab.

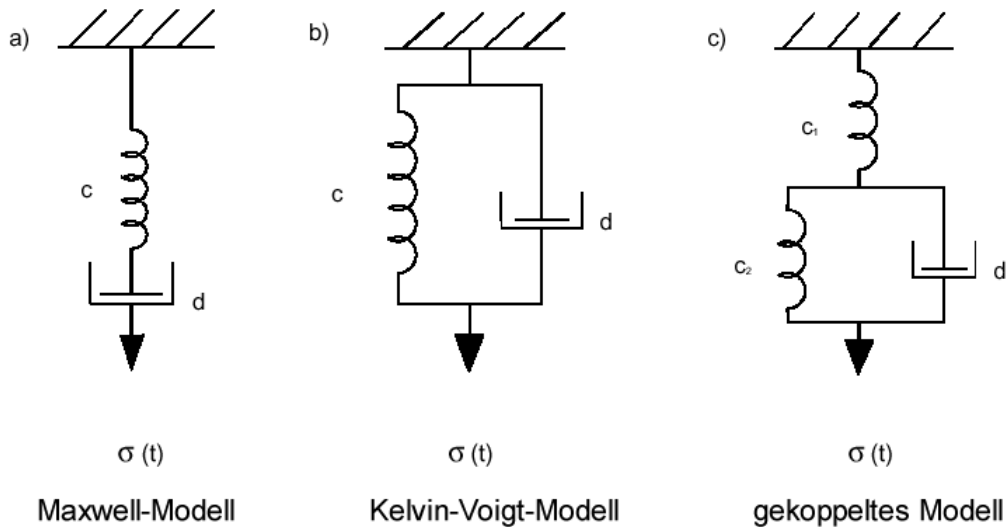


Abbildung 3.13: Werkstoffmodelle zum viskoelastischen Verhalten [N.N04d]

Das Herschel-Bulkley-Modell als eine Erweiterung des Maxwell-Modells berücksichtigt auch den plastischen Anteil durch das sogenannte *Element von Saint Venant*. Aktiv ist dieses Element unterhalb einer bestimmten, materialspezifischen Fließgrenze, die sich auch bei teilerstarrten Metallegierungen wiederfindet [Kok01]. Oberhalb davon fin-

det viskoses Fließen statt. Dieses Modell wird auch *viskoplastisches Modell* genannt [Sch93]. Der Vollständigkeit halber sollen die weiteren viskoelastisch-plastischen Modelle Prandtl-Körper, Schedoff-Körper und Schofield-Scott Blair-Körper [Ver97] genannt werden. Auch diese setzen sich zusammen aus den Grundelementen Feder, Dämpfer und Verzögerungselement.

3.3 Einfluss der Füllstoffe

Viele Messungen haben gezeigt, dass die Viskosität einer Schmelze zunimmt, wenn ihr Füllstoffe beigemischt werden. Retting beschreibt in [Ret91] anschaulich, dass die vorgegebene Schubspannung zwar im mikroskopischen Bereich dieselbe Schergeschwindigkeit der fluiden Phase zur Folge hat wie eine ungefüllte Schmelze, dass aber makroskopisch wegen der unverformbaren Partikel nur ein Bruchteil dieser Schergeschwindigkeit erreicht wird. Der Anteil ist unter anderem abhängig vom Füllstoffanteil ξ .

Gleißle beschreibt gefüllte Kunststoffe in [Gle02] als „konzentrierte Suspensionen mit hochviskosen Matrixflüssigkeiten“. Diese Betrachtungsweise ist eine wichtige Voraussetzung, um das Verhalten der gefüllten Schmelzen in die richtigen Randbedingungen einordnen zu können. Wie bei allen Suspensionen seien unter diesen Voraussetzungen die Fließeigenschaften durch die Konzentration, die Partikelform und -größe sowie die -größenverteilung, die Schergeschwindigkeit, die Wechselwirkungen zwischen Partikel und Matrix sowie durch die Fließeigenschaften der Matrix selbst bestimmt.

Die wichtigsten Ursachen für Agglomerationen in Suspensionen sind Van-der-Waals-Kräfte, Flüssigkeitsbrücken, elektrostatische Kräfte und Feststoffbrücken, wobei die Van-der-Waals-Kräfte allgemein mit der Theorie von Lifshitz beschrieben werden:

$$F = \frac{h\omega r}{\pi a^2}. \quad (3.9)$$

Hierbei ist $(h\omega)$ die Lifshitz-Hamaker-Konstante, r der Radius der Partikel und a der Abstand zwischen zwei Partikeln [Xin96]. Die Agglomerationsneigung, die besonders bei den nichtmetallisch-anorganischen Füllstoffen zu beobachten ist, kann grundsätzlich durch chemische Oberflächenvorbehandlung verringert werden. Diese Maßnahme erhöht die Dispersionsgüte des Gemisches und erzeugt in Bauteilen einheitlichere Eigenschaften.

Es ist bei Suspensionen üblich, die Viskosität $\eta_{Susp.}$ des Gemisches auf die Viskosität der Matrix zu beziehen und die relative Viskosität η_r als Quotient aus Viskosität des Gemisches $\eta_{Susp.}$ und Viskosität des reinen Matrixmaterials η_M zu behandeln

$$\eta_r = \frac{\eta_{Susp.}}{\eta_M}. \quad (3.10)$$

Die relative Viskosität η_r wurde von zahlreichen Autoren beschrieben. In Tabelle 3.1 sind beispielhaft fünf Berechnungsansätze für die relative Viskosität η_r angegeben. Die

Variable ξ steht für den Volumenfüllgrad an Füllstoff in der Matrixflüssigkeit. Die Berechnungen sind neben dem Füllgrad auch maßgeblich von der Partikelform abhängig und dürfen demnach nur für die angegebenen Partikelformen durchgeführt werden.

Tabelle 3.1: Beschreibung der relativen Viskositäten [Pah95]

| Autor | Berechnung der relativen Viskosität | Partikelform |
|----------|-----------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| Einstein | $\eta_r = 1 + k \cdot \xi$ | sphärisch |
| Mooney | $\eta_r = e^{\frac{(k \cdot \xi)}{(1-s \cdot \xi)}}$ | sphärisch |
| Brodnyan | $\eta_r = \frac{2,5 \cdot \xi + 0,4 \cdot (r_p - 1)^{1,48} \cdot \xi}{1 - k \cdot \xi}$ | faserförmig |
| Eilers | $\eta_r = \left(1 + \frac{k \cdot \xi}{1 - s \cdot \xi}\right)^2$ | sphärisch |
| Hashin | $\eta_r = 1 + \left(\frac{2 \cdot \xi}{1 - \xi}\right)$ | faserförmig |

Das praktische Fließverhalten einer hochgefüllten Kunststoffschmelze, vor allem im urformenden Prozess, ist trotz der zahlreichen theoretischen Annäherungen und Modelle nur durch geeignete rheologische Messungen (siehe Kapitel 3.4.2) ausreichend zu beschreiben. Zu viele bekannte, aber auch unbekannte Einflussfaktoren nehmen teil an der komplexen Erscheinung, die *Fließen* genannt wird.

Zur Berechnung der Viskosität von mit Metallpulver hochgefüllten Schmelzen beim Spritzgießen hat Bielzer [Bie89] die Gleichung für die dynamische Viskosität

$$\eta_{gef.}(\dot{\gamma}) = k \cdot \eta_P(k, \dot{\gamma}) \quad (3.11)$$

vorgeschlagen (mit $\dot{\gamma}$ = Schergeschwindigkeit, $\eta_{gef.}(\dot{\gamma})$ = schergeschwindigkeitsabhängige Viskosität der gefüllten Schmelze, η_P = Viskosität der Polymerschmelze und k = Viskositätserhöhungsfaktor (siehe auch in[Xin96]), also einem positiven Faktor, welche den Verlauf der schergeschwindigkeitsabhängigen Viskosität, ohne ihren eigentlichen Verlauf zu beeinflussen, zu höheren Viskositäten hin verschiebt). Abbildung 3.14 verdeutlicht den Zusammenhang im doppeltlogarithmischen Auftrag von Schergeschwindigkeit zu Viskosität.

Die Gleichung besagt, dass die Viskositätsfunktion der gefüllten Schmelze eine parallele Verschiebung erzeugt. Die Konstante k ist dabei materialspezifisch und muss experimentell bestimmt werden (siehe u.a. [Kat78]), kann jedoch durch einen Zusammenhang zwischen der Viskosität des gefüllten Materials und einem kritischen Füllstoffgehalt beschrieben werden. Dieser sagt aus, dass die Füllstoffpartikel miteinander in Kontakt stehen und durch ihre Reibungskraft aneinander die Viskosität gegen Unendlich steigen

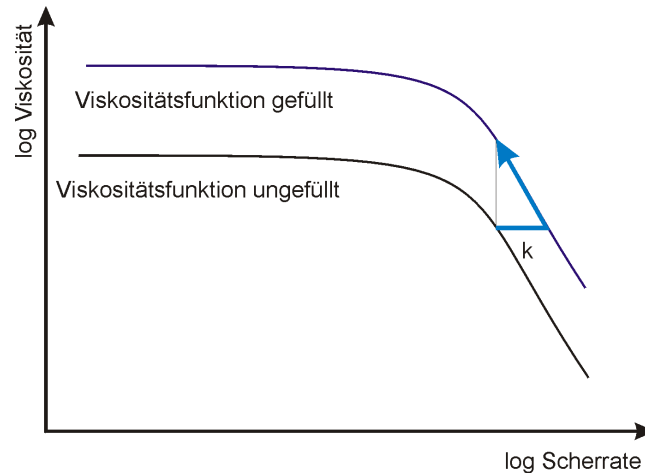


Abbildung 3.14: Schematische Darstellung der Verschiebung der Viskositätsfunktion durch den Zusatz von Füllstoffen [Xin96]

lassen. Der Wert von v_{kr} konnte bisher nicht numerisch ermittelt werden. Ihr experimentell ermittelter Wert liegt für unregelmäßig geformte Füllstoffe im Bereich zwischen 60 und 70 Volumenprozent [Xin96]. German beschreibt in [Ger97] bei einem Compound aus gleich großen Kugeln die Fließgrenze bei 60 Vol.%.

Der für diese Untersuchungen bearbeitete und durchweg anwendungsorientierte Ansatz, eine möglichst gute Fließfähigkeit eines ultrahoch gefüllten Compounds bei Extrusion und Spritzguss zu erreichen, hat ein relativ komplexes disperses System aus den bereits in Kapitel 2 beschriebenen Materialien zur Folge. Eine hinreichende Beschreibung des Fließverhaltens kann sich nicht nur mit der relativen Viskosität begnügen, sondern muss neben der später noch ausführlich beschriebenen Verarbeitung auch gegenseitige Wechselwirkungen betrachten

3.3.1 Wechselwirkungen

Die spezifischen Wechselwirkungen, die zwischen einem Kunststoff resp. den vorliegenden Makromolekülen und einem Füllstoff auftreten, werden unter anderem von Kulicke [Kul86] beschrieben. Die deutliche Änderung des viskoelastischen Verhaltens der gefüllten Schmelze oberhalb einer gewissen Konzentration von Füllstoffen kann demnach quantitativ als eine Immobilisierung der Makromoleküle infolge von adhäsiver Bindung an den Füllstoff verstanden werden. Hierbei spielt nicht nur die spezifische Oberfläche und die Oberflächenenergie des Füllstoffes eine Rolle², sondern auch die mit wachsender

²Eigene Untersuchungen haben gezeigt, dass sowohl die spezifische Oberfläche wie auch die Materialart einen entscheidenden Einfluss auf die Fließfähigkeit eines gefüllten Thermoplasten haben. Die gleichen polymeren Ausgangsstoffe (Matrix und Additive), die eine Füllung mit sphärischem Eisenbasiswerkstoff zu 70 Vol.% zulassen, erlauben nur die Einbringung von ca. 30 Vol.% Zinkoxid, welches auf eine mittlere Korngröße von 5 μm unregelmäßig geformter Partikel zerkleinert wurde - bei höheren Füllungen nimmt die Fließfähigkeit dieses Gemisches schlagartig ab.

Konzentration an Füllstoffen abnehmende Spaltbreite (die eine Abnahme des Gleitfilmes zwischen den Füllstoffen bewirkt) zwischen den Partikeln. Die Spalte werden in einer entsprechenden Pulverschüttung so klein, dass Kulicke die Überbrückung zweier benachbarter Partikel durch ein Makromolekül und somit die Ausbildung einer Art physikalischen Netzwerkes annimmt. Ein solches Gebilde würde dann einer Fließdeformation so lange Widerstand in Form hoher Viskosität entgegensetzen (die bereits von Bingham definierte sog. *Fließgrenze*, bzw. das *Bingham-Verhalten*), bis die angelegten Kräfte ausreichen, um das physikalische Netzwerk auseinanderzureißen³. Es gibt Ansätze, die Bingham-Strömung in nicht-newtonschen Fluiden mathematisch zu beschreiben. Hierfür wurde u.a. ein Mehrgitter-Verfahren verwendet, welches in dieser Arbeit aber nicht näher behandelt werden soll [Maa98]. Der Effekt eines sich ineinander verhakenden Netzwerkes erscheint anschaulich, wenn die Füllstoffe in einer Schmelze ein hohes Aspektverhältnis von Länge zu Breite aufweisen, also faserförmig vorliegen. Auch wenn sich faserförmige Partikel nicht verhaken, so sind sie doch in der Lage sehr starke Bindungen einzugehen - so zum Beispiel bei dem Werkstoff Papier. Bei einer Kugelschüttung jedoch weist die Modellvorstellung eines ineinander verhakten Netzwerkes deutliche Schwächen auf.

Die beschriebene Modellvorstellung würde jedoch anschaulich das Ansteigen der Viskosität bei kleinen Schergeschwindigkeiten oberhalb einer bestimmten Konzentration von Füllstoffen erklären. In diesem Fall müssen deutliche Abhängigkeiten der Fließgrenze von Polymertyp, der Polymerkettenlängenverteilung und der Oberflächenenergie bzw. der spezifischen Oberfläche und damit der Korngrößenverteilung des Füllstoffes erkennbar sein. Diese Zusammenhänge sind empirisch u.a. von Shenoy untersucht worden [She99]: Die günstigsten Fließeigenschaften bei diesen Untersuchungen zeigten sich bei einem Compound aus wenigen, glatten, möglichst gleichmäßig geformten Füllstoffen mit einer breiten Partikelgrößenverteilung⁴. Als günstiges Polymermaterial hat Shenoy Polyethylen niedriger Dichte identifiziert. Eine geeignete Additivzusammenstellung ist nach diesen Untersuchungen ebenfalls ausschlaggebend für die Fließfähigkeit des Compounds.

Polyolefine wie sie im Zuge dieser Arbeit verwendet wurden, zeigen ein ausgesprochen unpolares Verhalten, so dass bei der untersuchten Mischung aus Polypropylen und Eisenbasis-Pulver keine starken Wechselwirkungskräfte (wie beispielsweise Wasserstoffbrückenbindungen), sondern höchstens fast vernachlässigbare Van-Der-Waals-Kräfte vorliegen können. Auch die Arten der verwendeten Additive zeigen keine ausgeprägten (haft-)vermittelnden Wirkungen zwischen dem Polyolefin und dem Metallpulver. Aus diesen theoretischen Betrachtungen heraus ist nicht zu erwarten, dass das Compound ein ausgesprochen deutliches Bingham-Verhalten durch die Ausbildung eines physikalischen Netzwerkes zeigt.

³Die Kategorien physikalischer Netzwerke sind definiert in der Polymerphysik und werden unterteilt in *Kristallisation*, *Helixformation*, *Phasenseparation*, *komplex formatierte Netzwerke* und *Aggregation* [Fra02]. Die Bezeichnung „physikalisches Netzwerk“ ist daher im Zusammenhang mit dem Bingham-Verhalten irreführend und soll nur der Veranschaulichung dienen. Die Größenordnungen der wirkenden Kräfte sind nicht vergleichbar.

⁴wie in Kapitel 2 beschrieben, erfüllt das verwendete Eisensilizium einen Großteil dieser Anforderungen

3.3.2 Korrekturen

Die Korrekturen der Drücke und Geschwindigkeiten bei der (Kapillar-) Viskosimetrie sind vielfältig und Gegenstand zahlreicher Untersuchungen. Für das Verständnis der in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen erscheint eine umfassende Darstellung der relevanten Theorie nicht sinnvoll. Es sollen jedoch die Korrekturen, die direkt mit den durchgeführten Messungen zusammenhängen, kurz vorgestellt werden. Für die weiterführende Theorie sei die Lektüre von Shenoy: „The Structure And Rheology Of Complex Fluids” [She99] empfohlen.

Für die in dieser Arbeit relevanten Kapillarviskosimetrie ist zunächst die Korrektur nach Bagley zu nennen. Da im Bereich des Einlaufens der viskoelastischen Schmelze in die Kapillare (siehe Kapitel 3.4) der aufgebrachte Druck auch für elastische Schmelzedeformationen und Sekundärströmungen vor dem Einlauf aufgewendet wird, muss er entsprechend korrigiert werden [N.N03d]. Da also Extrusionsdruck $p_{extr.}$ und Druckdifferenz nicht übereinstimmen, wird der Extrusionsdruck als Summe der Druckdifferenz Δp mit einer Korrektur p_c versehen:

$$p_{extr.} = \Delta p + p_c = 2\tau \cdot \frac{l}{r} + p_c. \quad (3.12)$$

Die wahre Schubspannung ist somit

$$\tau = \frac{r}{2l} \cdot (p_{extr.} - p_c). \quad (3.13)$$

Neben der Bagley-Korrektur für die tatsächlich vorliegende Schubspannung muss die scheinbare Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_s$ korrigiert werden, da das rein Newtonsche Geschwindigkeitsprofil in der viskoelastischen Strömung nicht vorliegt. Diese wird nach der Theorie von Rabinowitsch und Weissenberg vorgenommen [N.N03d]. Bei der Korrektur sind wahre ($\dot{\gamma}$) und scheinbare ($\dot{\gamma}_s$) Schergeschwindigkeit proportional zueinander und gehorchen dem Ausdruck

$$\dot{\gamma} = \frac{3}{4}\dot{\gamma}_s + \frac{1}{4} \cdot \frac{\tau(r)}{d\tau(r)/dD}. \quad (3.14)$$

Eine weitere wichtige Korrektur, die besonders bei hochgefüllten Massen zum Tragen kommt, ist das Wandgleiten. Sein großer Einfluss auf das Fließverhalten wird im folgenden Kapitel dargestellt.

3.3.3 Wandgleiten

Die in Kapitel 3.1 erläuterten Grundlagen über das Scherfließen erfordern eine wichtige Randbedingung: das Haften des Fluids an der Wand mit der Bedingung $\dot{\gamma} = 0$.

Die Schergeschwindigkeit, die beim Fließen des hochgefüllten Compounds durch einen Kanal auftritt, muss bei Messungen mit der Viskosimetrie unter anderem um den Anteil der auftretenden Wandeffekte korrigiert werden. Lichtmann weist in [Lic92] darauf

hin, dass Wandgleiteffekte meist mit der Existenz eines dünnen, wandnahen Fluidfilmes erklärt werden, die eine wesentlich geringere Viskosität aufweisen als die Kernströmung. Die Basisuntersuchungen stammen bereits aus dem Jahr 1931 und wurden von Mooney beschrieben [Moo31]⁵. In Abbildung 3.15 ist schematisch dargestellt, welcher Anteil der Wandhaftung voraussetzenden Scherströmung bei einem tatsächlich vorliegendem Wandgleiten, also einer Relativbewegung zwischen Schmelze und Kanal, effektiv verbleibt.

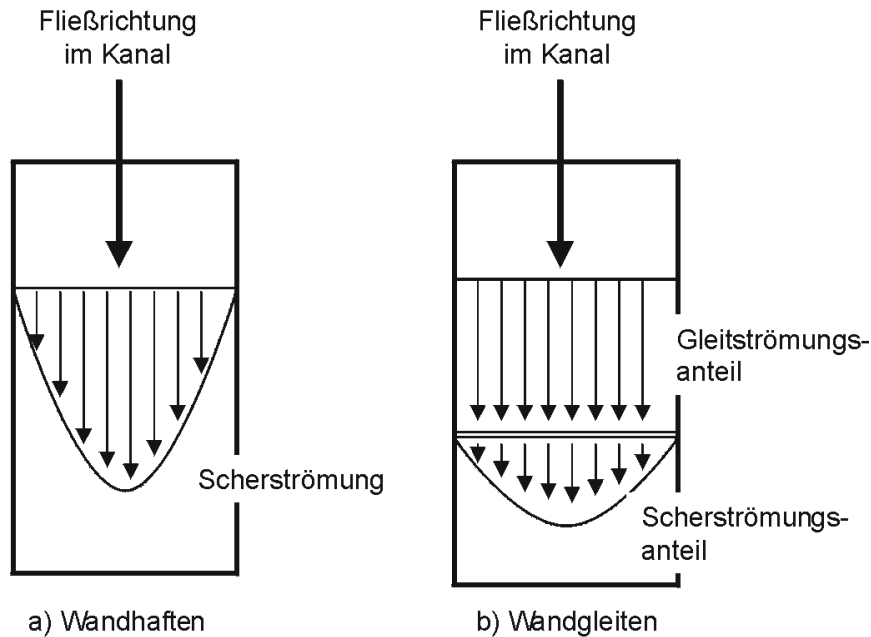


Abbildung 3.15: Schema der Schergeschwindigkeiten einer wandhaftenden (a) und einer wandgleitenden (b) Strömung nach [Pah95]

Der Gleitströmungsanteil (auch *Pfropfenströmung* genannt) einer an der Wand des Fließkanals gleitenden Flüssigkeit resp. einer Suspension nimmt nicht an dem Phänomen der Scherverdünnung, die in Kapitel 3.1 beschrieben wurde, teil. Hinzu kommt die ohnehin nur anteilmäßig vorhandene Scherverdünnung des geringen Polymeranteils im Compound.

Neben mathematischen Ansätzen, das Wandgleiten zu beschreiben [Maa98], hat sich Welter in [Wel85] mit den empirischen Versuchen um das Wandgleiten sehr ausführlich beschäftigt. Das Vorhandensein eines dünnen Gleitfilmes an der Wand, auch verursacht durch einen möglichen Wärmestau am Zylinder und damit verbundene thermische Abbauerscheinungen zu niedermolekularen Schmiermitteln, stellt er der These gegenüber,

⁵Hier heißt es wörtlich „das sog. Wandgleiten könnte in der Realität ein ungewöhnlich hoher Geschwindigkeitsgradient in einer dünnen Schicht angrenzend zur Wand sein; jedoch kann ein solcher Effekt dann mathematisch als Geschwindigkeits-Unstetigkeit, also Gleiten, behandelt werden, wenn die beteiligte Schichtdicke klein im Vergleich zu den Ausmaßen des Viskosimeters ist.“

dass die Ausdehnungen eines solchen Schmierfilmes bereits in der Größenordnung der Oberflächenrauigkeit des Zylinders liegen und, ähnlich eines Drainagesystems, die niedermolekulare Flüssigkeit aufnehmen müssten. Dann würde die Rauigkeit direkten Kontakt zu den Feststoffteilchen aufweisen und diese am Abgleiten hindern. Andererseits wurde beobachtet, dass das Maß der Wandrauigkeit keinerlei Einfluss auf die Fließeigenschaften wandgleitender Flüssigkeiten hat⁶. Einflussgrößen auf den Wandgleiteffekt sind Wand Schubspannung, der dazu proportionale Wandnormaldruck und die Voraussetzung, dass die Wandgleitgeschwindigkeit die Wandschubspannung beeinflusst.

Neben anderen Autoren [Vla03, Wol03, Car97] beschreibt Schmidt in [Sch04a] die bei Wandgleiten anzuwendende Korrektur nach Mooney. Die effektive Wandscherrate $\dot{\gamma}_{eff}$ berechnet sich hiernach durch

$$\dot{\gamma}_{app.} = \dot{\gamma}_{eff.} + V_G \cdot \frac{4}{R} \quad (3.15)$$

mit

$$\dot{\gamma}_{app.} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (3.16)$$

zu

$$\dot{\gamma}_{eff.} = \frac{4Q}{\pi R^3} - V_G \cdot \frac{4}{R}. \quad (3.17)$$

Hierbei sind Q = Volumenstrom des Fluids, R = Radius des Fließkanals⁷, $\dot{\gamma}_{app.}$ = scheinbare Scherrate und V_G = Wandgleitgeschwindigkeit. Messungen an mindestens drei unterschiedlichen Düsendurchmessern eines Kapillarrheometers bei gleichem Länge-zu-Durchmesser-Verhältnis der Düse erlauben eine Mooneykorrektur, deren Ergebnis die scheinbare Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_{app.}$ in Abhängigkeit vom Düsenradius ist. Die Steigung der darin verlaufenden Geraden ergibt die Gleitgeschwindigkeit V_G , der Geradenschnittpunkt mit der Ordinate ($R \rightarrow 0$) ergibt die effektive Scherrate $\dot{\gamma}_{eff.}$ [Sch04a]. Schließlich wird die Wandgleitgeschwindigkeit gegen die Scherrate τ aufgetragen.

Neben den empirischen oder online-Verfahren [Leg96] der Wandgleitmessungen existieren Untersuchungen, Wandgleiteffekte zu simulieren [Bla00]. Ob Wandgleiten bei einer zu messenden Polymerschmelze vorliegt, kann unter anderem durch Testmessungen mittels Plattenrheometrie festgestellt werden. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Compound aus Eisensilizium und Polypropylen ist die Feststellung des vorliegenden Wandgleitens unproblematisch, da an einer glatten Plattenanordnung⁸ keinerlei Schmelzhaftung be-

⁶Bei den für diese Arbeit beschriebenen Vorversuchen mit dem Platte-Platte-Rheometer war es daher unerheblich, ob eine glatte oder rändelraue Geometrie gewählt wird; die Plattenanordnung erweist sich in beiden Fällen als ungeeignet.

⁷Bei einem Fließkanal mit einem nicht-kreisförmigen Querschnitt gilt hierbei die Hälfte des hydraulischen Durchmessers.

⁸Die Parametereinstellung der Platte-Platte-Anordnung wurde unter Berücksichtigung der hierbei geltenden Randbedingungen vorgenommen: als Fließspaltbreite wurde ein Wert eingestellt, der größer war als der zehnfache Partikeldurchmesser, als Prüftemperatur wurde die spätere Verarbeitungstemperatur gewählt.

obachtet wurde. Die auf 240°C erwärmten Platten wiesen nach dem Auseinanderfahren keine Benetzung durch Schmelze auf. Das noch warme Compound konnte ohne Rückstände abgewischt werden. Die bis dahin aufgenommenen Messwerte aus rotatorischer Messung wurden verworfen, da sie offensichtlich nur den geringen mechanischen Reibungsanteil zwischen Platten und Compound darstellten.

Reagiert eine Suspension in dieser Art auf die Messanordnung Platte-Platte, so ist die einzige Möglichkeit zur rheologischen Charakterisierung eine Kapillaranordnung.

3.4 Die verwendete Rheometrie

Die grundsätzlichen und angepassten Messverfahren für die rheologischen Eigenschaften von Fluiden sind vielfältig. Eine ausführliche Darstellungen aller rheometrischen Methoden und Grundlagen würde den Rahmen dieser Arbeit übersteigen und führt den Leser eher weg von dem Zusammenhang, der in dieser Arbeit vermittelt werden soll⁹.

3.4.1 Hochdruckkapillar-Rheometer

Um den konsistenten Gedanken beizubehalten, soll an dieser Stelle nur das geeignete und verwendete Messverfahren näher beleuchtet werden, das eine Charakterisierung des ultrahoch gefüllten Compounds zulässt: das Hochdruck-Kapillar-Rheometer mit zwei Zylindern, geregelter Kolbengeschwindigkeit und kreisförmigen Auslassdüsen. Das Schema dieser Anordnung ist in Abbildung 3.16 dargestellt.

Kapillarrheometer werden nach Ihrer Funktionsweise unterschieden - zunächst die Konstantdruckanordnung von der mit konstanter Geschwindigkeit. Bei konstanter Geschwindigkeit wird durch einen Kolben und einen kreisförmigen Auslass hauptsächlich der Schmelzflussindex oder MFI (Melt Flow Index) einer Polymerschmelze gemessen. Dieser Wert gibt an, welche Masse an Schmelze bei konstantem Druck (dieser wird zumeist durch die auf der Schmelze lastende Gewichtskraft einer Masse m angegeben, also z.B. 2,15 kg) bei einer festgelegten Temperatur (z.B. 200°C) nach einer Zeit von 10 Minuten ausgetreten ist. Der MFI in g /10 min ist ein Anhaltswert für eine qualitative Polymercharakterisierung. Er wird zumeist als Eingangskontrolle in der kunststoffverarbeitenden Industrie verwendet. Seine Aussagekraft ist jedoch umstritten. Eine wesentlich bessere, wenn auch relativ aufwendige Charakterisierungsmöglichkeit ist es, den MFI eines Polymers immer in Verbindung mit seiner Molmassenverteilung¹⁰ zu betrachten. Die

⁹Neben der umfassenden Darstellung der Messmethoden für *gefüllte Polymersysteme* von Shenoy [She99] bieten sich die *Einführung in die Rheologie und Rheometrie* [Sch04b], *Engineering Rheology* [Tan02], das *Rheology Handbook* [Mez02], die *Polymer and Composite Rheology* [Gup00], *The structure and rheology of complex fluids* [Lar99] und *Rheology for polymer melt processing* [Leg96] an.

¹⁰Der Einfluss der Kettenlängen der Makromoleküle und ihre Verteilung ist ein entscheidender Einflussfaktor sowohl für das mechanische Tragverhalten wie auch für seine Schmelzeverarbeitung und das

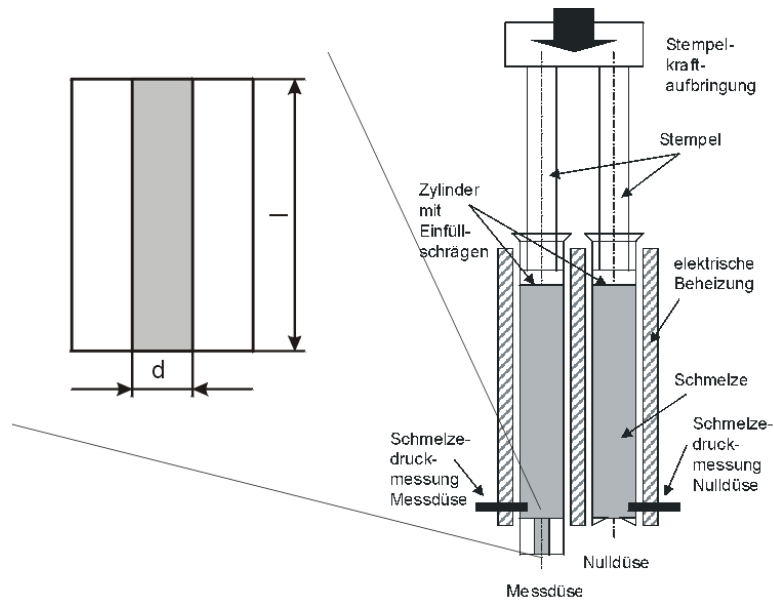


Abbildung 3.16: Schema des verwendeten Doppelzylinder-Hochdruck-Kapillarrheometers

Kapillarrheometer, welche mit einer konstanten Geschwindigkeit arbeiten, können diese entweder über einen Stempel oder über eine Extrusionsschnecke aufbringen. Beide haben dann die Möglichkeit eines kreisförmigen Austrags oder eines Austrags über eine Schlitzdüse. Diese Arten der Kapillarrheometer sind für eine rheologische Charakterisierung geeignet.

Das für die rheologischen Messungen am Compound FeSi-PP verwendete Hochdruck-Kapillarrheometer arbeitet mit zwei Kolben und trägt die Schmelze einerseits durch die Messdüse, deren Geometrie durch ihr Länge-zu-Durchmesser-Verhältnis (l/d) gekennzeichnet ist, und andererseits durch die sogenannte Nulldüse aus, welche zwar den gleichen Durchmesser wie die Messdüse besitzt, jedoch keinen Fließkanal der Länge l besitzt, sondern nur eine Blende darstellt. Durch diese Anordnung ist es u.a. möglich, Einlaufdruckverluste der Schmelze in der Düse rechnerisch zu eliminieren. Die Stempelkraftaufbringung geschieht durch eine Spindel und wird auf die beiden Kolben verteilt. Der Zylinder weist für das Einfüllen des Materials Schrägen auf. Nach Füllung des Kolbens muss das Material zunächst durch Wärmeleitung aus der elektrischen Heizung aufschmelzen - es wird mehrere Male manuell verdichtet. Der Austrag des Materials erfolgt nach unten.

Abkühlen aus der Schmelze. Es ist denkbar, dass zwei unterschiedliche Polymere den gleichen MFI aufweisen, aber vollständig unterschiedliche Molmassenverteilungen haben. In diesem Fall wäre über den MFI keine Aussage über die Verarbeitung noch über das mechanische Verhalten der Bauteile zu treffen.

3.4.2 Darstellung der Untersuchungen am Hochdruckkapillarrheometer

Das ultrahoch gefüllte Compound FeSi-PP lässt sich im Gegensatz zu den Messungen mit einem Platte-Platte-Rheometer grundsätzlich mittels Kapillarrheometrie charakterisieren. Durch umfangreiche Testserien bei unterschiedlichen Temperaturen, unterschiedlichen Düsendurchmessern beider Düsen und unterschiedlicher Länge- zu Durchmesser-Verhältnissen des Fließkanals in der Messdüse wurden erste Aussagen über das generelle Fließverhalten dokumentiert [Bos04].

Zunächst konnte festgestellt werden, dass das Compound FeSi-PP bereits bei Temperaturen von 160°C unter moderaten Drücken durch die Stempel fließfähig ist. Diese Erscheinung kann zurückgeführt werden auf den Anteil an Gleitmitteln im Compound, welches, wie in Kapitel 2.3 beschrieben, bereits bei 106°C schmelzflüssig wird. Eigene, dahingehende Untersuchungen mit der Spritzgießmaschine haben belegt, dass das Gleitmittel einen sehr großen Effekt auf die Fließfähigkeit hat. Compounds, die testweise ohne einen Gleitmittelanteil hergestellt wurden, waren nicht verarbeitbar. Diese Massen hatten sich vor der Rückstromsperre der Maschine (siehe Kapitel 4.2.1) angesammelt und durch das damit verbundene Aufstauen das vom Motor gelieferte Drehmoment überstiegen.

Die Ermittlung des Schmelzefflusses des Materials ist bis zu einem Düsendurchmesser von 0,5 mm vorgenommen worden, war jedoch mit relativ hohen Drücken verbunden. Bei den verwendeten Düsendurchmessern zwischen 0,5 und 2 mm wurde zu jeder Zeit ein gleichmäßiges Fließen ohne Verstopfen oder Agglomeration beobachtet. Für die rheologische Charakterisierung wurde ein Düsendurchmesser von 1,5 mm und eine Temperatur von 200°C gewählt. Diese Versuchsbedingungen stellen einen guten Kompromiss zwischen einem leichten Schmelzeffluss und einer ausreichenden Versuchszeit¹¹ dar.

¹¹Das begrenzte Volumen des Zylinders macht die Messungen bei größeren Düsendurchmessern und damit größeren Massendurchsätzen schwierig, da sich die erforderlichen Druckgleichgewichte möglicherweise erst nach längerer Zeit einstellen und somit das Volumen bereits verbraucht ist.

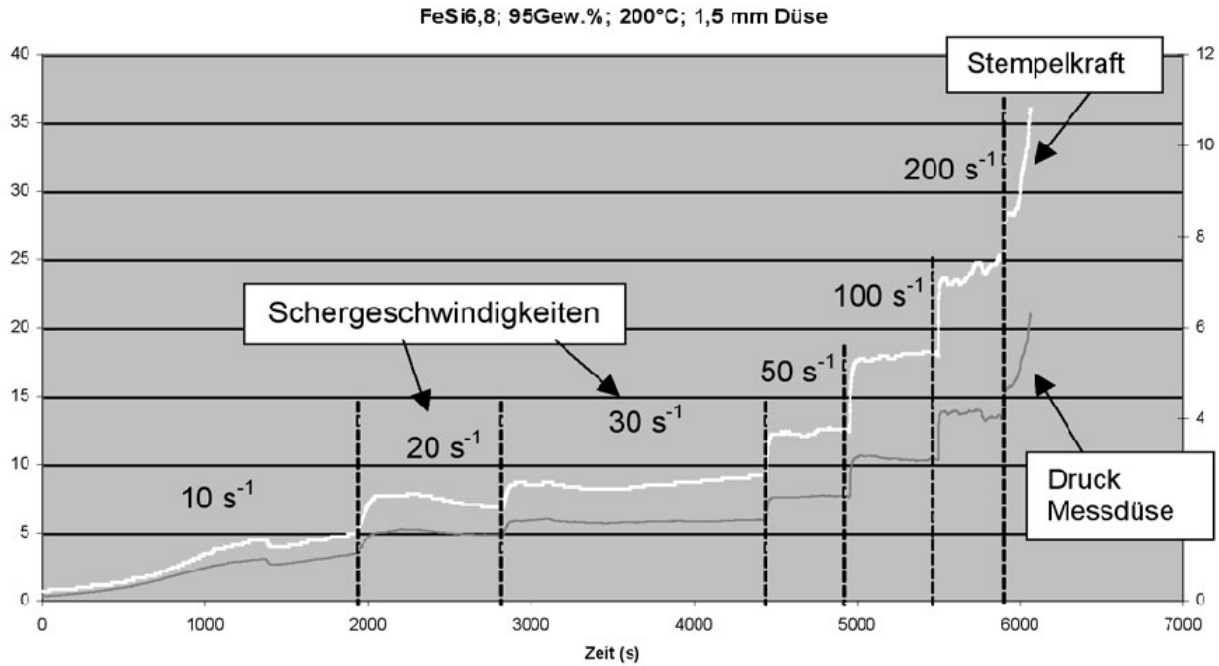


Abbildung 3.17: Druck- und Stempelkraftverlauf über die Messzeit bei einem Düsenradius von 1,5 mm und einer Temperatur von 200°C

Die Messung wurde unter der Randbedingung vorgenommen, dass das Material mehrerer Schergeschwindigkeiten unterzogen wurde. Abbildung 3.17 zeigt den Verlauf der Stempelkraft und des Druckes oberhalb der Messdüse für die Schergeschwindigkeiten 10, 20, 30, 50 100 und 200 s⁻¹ nach Anwendung der Bagley- und Rabinowitsch-Korrekturen (siehe Kapitel 3.3.2). Abbildung 3.18 zeigt die gemessene Scherviskosität von FeSi-PP über die korrigierte Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$.

Aus dem Vergleich zwischen der aufgebrachten Stempelkraft und dem an der Düsen wirkenden Druck ist abzulesen wie die Schmelze auf erzwungenes Fließen reagiert. Zu Beginn der Messung ist ein Anstieg von Druck und Stempelkraft mit einer eintretenden Komprimierung des noch relativ lockeren, erst in den Schmelzezustand übergehenden, Materials zu erkennen. Hat sich dieser Zustand beruhigt und tritt ein Druckgleichgewicht über die Messzeit ein, werden die vorhandenen Daten gespeichert und für weitere Berechnungen übernommen. Die nächst höhere Schergeschwindigkeit wird eingestellt und ebenfalls wird ein zeitliches Druckgleichgewicht abgewartet.

Durch diese Messbedingungen wurde eine erste rheologische Charakterisierung von FeSi-PP möglich, wenngleich die Ergebnisse nur eine bedingte Aussagekraft hatten: Die grundsätzliche Erfahrung aus diesen Messungen war, dass die zur Umschaltung erforderlichen Druckgleichgewichte $\frac{dP}{dt} \rightarrow 0$ nur in unteren, sehr niedrigen Schergeschwindigkeitsbereichen ohne Probleme vorgenommen werden konnten. Bereits bei Schergeschwindigkeiten von 200 s⁻¹ ergab die Messung starke Druckschwankungen oberhalb der Düse,

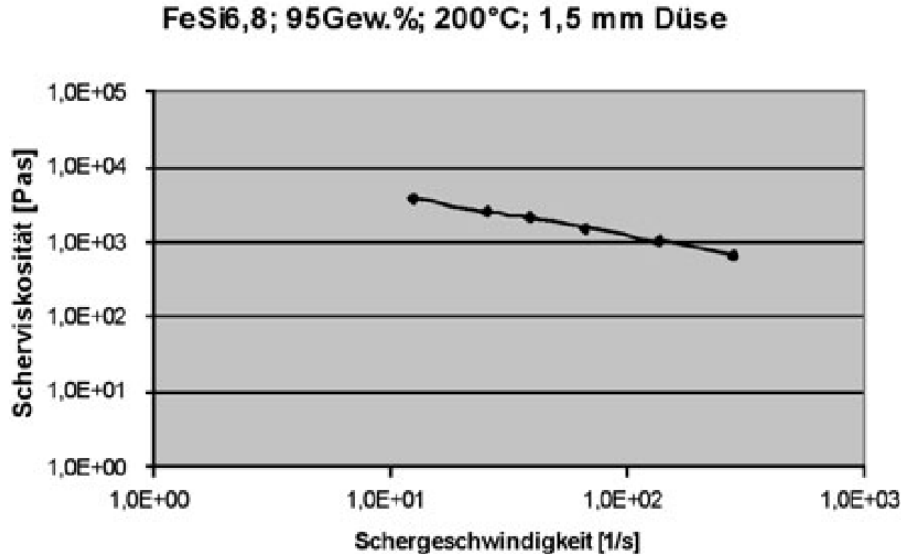


Abbildung 3.18: Scherviskosität von FeSi-PP über die korrigierte Schergeschwindigkeit

und der aufgebrachte Druck durch die Stempel wirkte nicht mehr ausschließlich für die Extrusion der Schmelze. Randall German bezeichnet in [Ger97] solche Erscheinungen als Inhomogenitäten des Compounds durch eine ungenügende Dispergierung.

Die aus den Messungen errechnete Scherviskosität zeigt, dass das Compound trotz seiner hohen Füllung mit Partikeln ein scherverdünnendes Verhalten zeigt. Wie sich dieses auf die späteren Verarbeitungsversuche auswirkt, wird in Kapitel 4 ausführlich dargestellt.

Eine Erkenntnis aus den Versuchen am Kapillarrheometer ist, dass das Material beim Extrudieren offensichtlich leicht orientierbar ist, d.h. der polymere Anteil am Compound lässt sich durch das Fließen über eine bestimmte Zeit durch die Düse ausrichten und mechanisch verfestigen. Da die Düse über ihre gesamte Länge keine Kühlung aufweist, kann beim Effekt der mechanischen Verfestigung tatsächlich von einer Eigenverstärkung durch Orientierung ausgegangen werden. Abbildung 3.19 zeigt die eingetretene Verfestigung anhand des ausgetragenen Stranges der Messdüse mit einem l/d -Verhältnis von 16 und der Nulldüse. Der Effekt der Eigenverstärkung durch Ausrichten ist grundsätzlich bekannt. Weiteren Arbeiten soll mit diesem Hinweis, der zunächst nur optisch erfasst wurde, die Eigenverstärkungsmöglichkeit aufgezeigt werden.

Prinzipiell neigen hoch und ultrahoch gefüllte Compounds zu einer sehr geringen Bruchdehnung und damit zu einer ausgesprochenen Sprödigkeit der Bauteile [Joh02]. Die Handhabung der direkt aus der Form kommenden Spritzgießteile bei Pulver-, Metall- oder Keramikspritzguss (PIM, MIM, CIM) ist damit ausgesprochen schwierig. Meist können diese Bauteile auch nicht als Schüttgut gelagert werden - sie erhalten ihre ausrei-

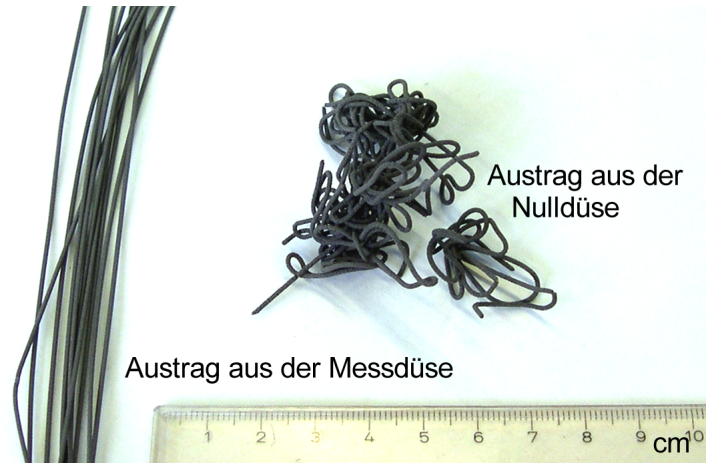


Abbildung 3.19: Vergleich der ausgetragenen Stränge aus der Messdüse des Kapillarrheometers und der Nulldüse

chende mechanische Festigkeit erst nach dem thermischen Sinterprozess. FeSi-PP zeigte sich als Extrudataustrag nicht nur ausgesprochen gerichtet und damit mechanisch verfestigt, sondern wies eine ausgesprochen hohe Duktilität auf. In Abbildung 3.20 ist dargestellt, wie stark sich das Compound verformen lässt, ohne einen Bruch aufzuweisen. Dieses Verhalten ist im Bereich der hochgefüllten Compounds eher ungewöhnlich, zumal das erstarrte Material ausschließlich aus aneinander liegenden Füllstoffkugeln zu bestehen scheint (siehe Abbildung 3.21).

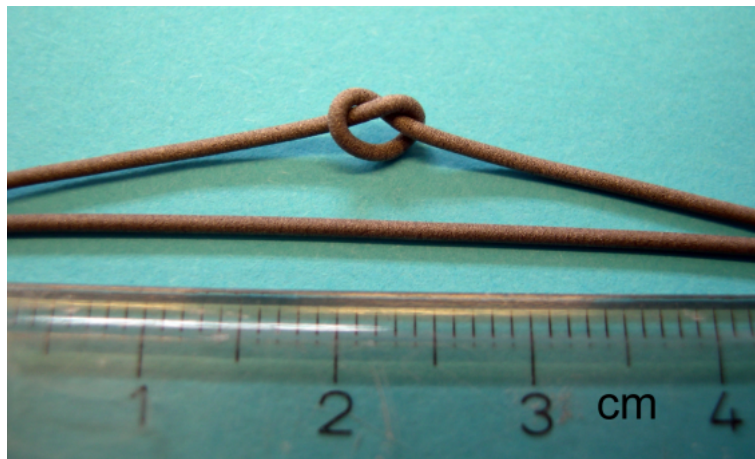


Abbildung 3.20: Verformbarkeit und Duktilität des durch den Austrag aus der Messdüse gerichteten Extrudates

Bei weiteren Untersuchungen war es leider nicht möglich, eine Mooney-Korrektur anzuwenden. Die beschriebenen Druckschwankungen führten dazu, dass keine diskreten Druckgleichgewichte am Rheometer eingestellt werden konnten und dass damit auch

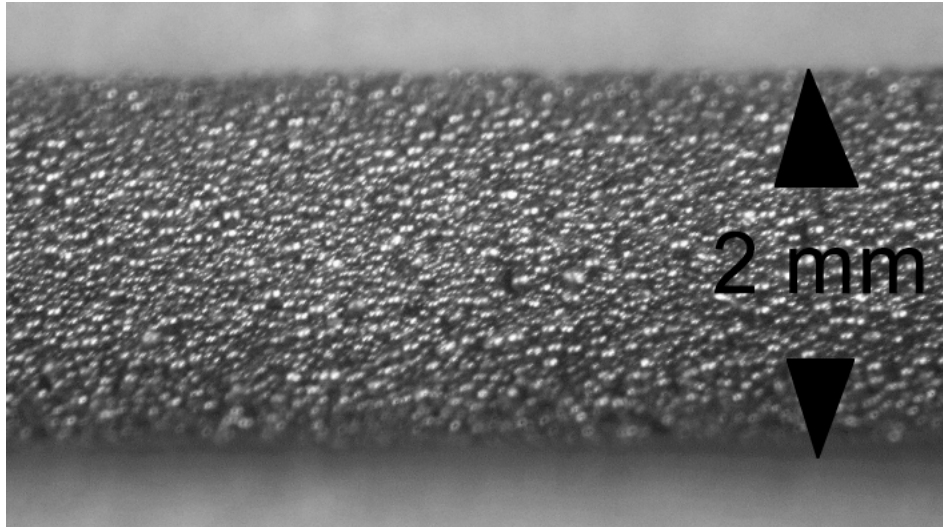


Abbildung 3.21: Mikroskopische Aufnahme des durch die Messdüse ausgetragenen Extrudates

keine Ergebnisse erlangt wurden. Die Schwierigkeiten der Quantifizierung von Wandgleiterscheinungen ist literaturbekannt [RWF04]. Möglicherweise reicht die Betrachtung einer Mooney-Korrektur alleine nicht aus, um das vorliegende Compound rheologisch zu beschreiben. Hilfreich könnten dabei weitere, bisher jedoch nur ansatzweise durchgeführte Untersuchungen sein, bei welchen der Füllstoff mit einem scherviskos reagierenden Silikonöl (PDMS); Polydimethylsiloxan) getränkt wurde. Das PDMS hat bei Zimmertemperatur eine vergleichbare kinematische Viskosität wie Polypropylen bei einer Verarbeitungstemperatur von 240°C. Wird nun die untere Platte eines Plattenviskosimeters durch einen Glasboden ersetzt, kann eine weitere Bewertung vorgenommen werden, ob eine Relativgeschwindigkeit zwischen Füllstoff-Öl-Gemisch und Glasboden auftritt. Durch geeignete Verfahren der Bilderfassung könnte dann die absolute schergeschwindigkeitsabhängige Wandgleitgeschwindigkeit gemessen werden, ohne den Weg über eine vielschichtige Messdatenerfassung wie beim Hochdruckkapillarrheometer zu nutzen.

Durch die Darstellung der für füllstoffbeladene Thermoplaste geltenden Rheologie soll vor allem verdeutlicht werden, wie und in welchem Maße ein hoher Anteil an Füllstoffen das Fließen verändert. Mit dieser Voraussetzung soll nun die reale Verarbeitung durch Schmelzefluss erläutert werden. Sie stützt sich auf die grundlegenden Erkenntnisse aus der Rheologie.

4 Compoundierextrusion und Spritzguss

Die Eigenschaften von Kunststoff-Formteilen werden durch zahlreiche material- und prozessspezifische Parameter bestimmt. Eine anschauliche Darstellung der Einflussgrößen findet sich u.a. in Rettings Abhandlung „Mechanik der Kunststoffe“ [Ret92] und ist in Abbildung 4.1 dargestellt. Kunststoffe unterliegen in ihren Eigenschaften wie kaum andere Werkstoffe einer Vielzahl von Einflüssen. Neben der eigentlichen Zusammensetzung und der Morphologie des Polymers werden die mechanischen, thermischen und chemischen Eigenschaften nicht nur durch die Verarbeitungsbedingungen beim Spritzgießen, Extrudieren, Kalandrieren etc. beeinflusst, sondern können auch durch unterschiedliche Umwelteinflüsse ganz unterschiedliche Größen annehmen. Wird beispielsweise ein an sich zähes und leicht schmelzfließendes Polypropylen bei zu hohen Temperaturen und zu hohen Schergeschwindigkeiten verarbeitet, kann dies die Polymerkettenlängenverteilung verschieben. Kommt dann eine sehr hohe Belastungsgeschwindigkeit auf das Bauteil dazu, wie z.B. ein schnelles Einschlagen einer aus diesem PP spritzgegossenen Schnappverbindung, ist ein Bauteilversagen vorprogrammiert. Ein thermischer Abbau und die einsetzende Sprödigkeit bei hohen Verformungsbedingungen lassen das an sich geeignete Material versagen.

Im weiteren Verlauf dieses Kapitels werden besonders die prozessspezifischen Einflüsse ausführlich dargestellt. Das Kapitel 3 hat bereits die Grundlage zum Verständnis der materialspezifischen Einflüsse gelegt, und schon in Kapitel 2 wurde die Morphologie und physikalische Struktur besprochen.

Die Herstellung von Bauteilen aus weichmagnetisch hochgefüllten Thermoplasten wird durch zwei kunststofftechnische Verfahrensschritte ausgeführt: die Einmischung eines Füllstoffes in einen Kunststoff (d.h. Matrix selbst sowie die notwendigen Additive) und die anschließende Formgebung aus der Schmelze bzw. der thermoplastisch fließfähigen Dispersion. Eine gute Dispergierung des Füllstoffes in einer umgebenden Matrix erfordert eine spezielle Mischvorrichtung, welche schnell, d.h. bei geringer Verweilzeit, und effektiv die gestellte Aufgabe bewältigen kann: die Dispersion muss erzeugt werden, bevor ein oxidativer Angriff der zwangsläufig erwärmten Materialien stattfindet. Die hierzu gewählte und hinreichend beschriebene Verfahrenstechnik [Rau01, Hen89, Joh92, Wor00] stellt ein gleichlaufender Doppelschneckenextruder dar ¹.

¹Weitere verfahrenstechnische Einrichtungen wie Kneter oder Einschneckenextruder haben sich als ungeeignet erwiesen. Während die lange Verweilzeit der Edukte im Kneter einen starken thermischen

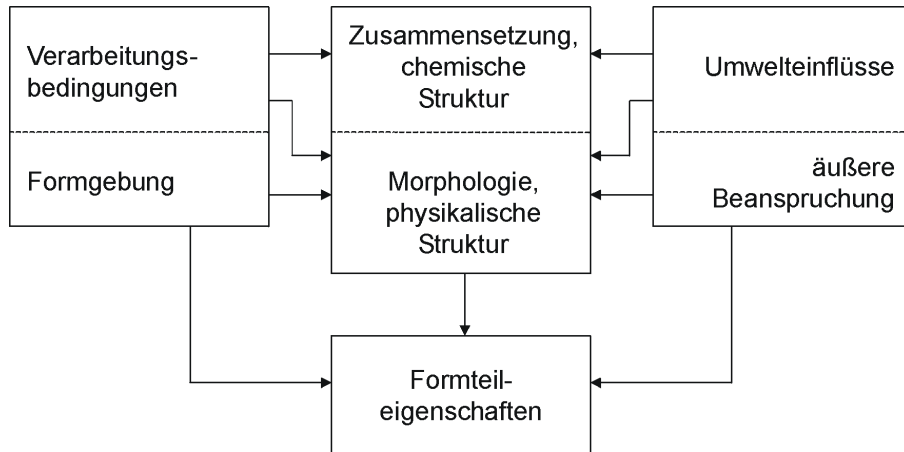


Abbildung 4.1: Parameter, die die Eigenschaften eines Formteils als Kunststoff beeinflussen können[Ret92]

Die anschließende Formgebung durch Spritzguss stellt das effektivste Verfahren der Thermoplast-Urformung dar und ist durch einen stabilen und gut identifizierten Prozess gekennzeichnet und neben eigenen Untersuchungen in [MB03] und [MB04] in [Joh92, Bar89, Gei82, Nic98, Ger97, Web93, Lic92, Pö91, SK78, Bel97, Hor99, Kul86, Fuj02, Sar04b, Gle02, Bos00, Joh92, Wor00] dargestellt. Die Prozessbesonderheiten der kunststofftechnischen Verfahren im Hinblick auf das hier fokussierte Compound wird in den folgenden zwei Kapiteln erläutert.

4.1 Compoundierextrusion

Neben dem formgebenden Verarbeitungsbereich der Extrusion, also einem kontinuierlichen Austrag einer thermoplastischen Schmelze in ein Werkzeug und die Herstellung von z.B. Endlos-Halbzeugen wie Fensterprofilen, werden durch spezielle Mischanlagen, die sogenannten Compoundierextruder, Mischaufgaben der unterschiedlichsten Zielsetzung bewältigt. Die Einmischung von Glasfasern und -kugeln oder die Herstellung von intensiv färbenden Masterbatches sind hierbei nur zwei Beispiele.

Die verfahrenstechnische Aufgabe der Erzeugung einer hinreichend gut verteilten Dispersion eines festen, ungeschmolzenen Füllstoffes in einer relativ hochviskosen Schmelze erfordert die Einbringung von hoher Scherenergie, eine ausreichende Mischbewegung, das Ausschließen von Strömungstoträumen im Verfahrensraum und eine insgesamt an die Mischungsaufgabe angepasste Maschine. Geeignete Dosierungen, Heiz- und

Abbau bedingt [Cle04], erzeugt der Einschnckenextruder nur eine unzureichende Dispergierung der Füllstoffe mit großen Agglomeraten [Hah01]. Für die Herstellung von hochgefüllten Feedstocks im Metallspritzguss werden in [Ger97] außerdem die Verfahren Doppelplanetenknetter und Kolbenextruder vorgestellt.

Kühleinrichtungen sowie ein dem Material entsprechender Austrag der Mischung sind weitere Voraussetzungen für eine effektive und erfolgreiche Compoundherstellung. Eine materialschonende Verarbeitung ist außerdem nur dann gewährleistet, wenn der Extruder gleichmäßig und ausreichend gefüllt ist und die eingeleitete Leistung über die Welle nahe 100% der Nennleistung der Antriebsmaschine beträgt [Hof01].

Die beschriebenen Anforderungen werden durch einen gleichlaufenden Doppelschneckenextruder erfüllt, dessen Funktionsprinzip im folgenden soweit beschrieben werden soll, wie es zum Verständnis der folgenden Verfahrensschritte notwendig erscheint. Eine umfassende Darstellung der Theorie, des Einsatzes und der Bauweisen von Doppelschneckenextrudern findet sich in der einschlägigen Literatur, unter anderem dargestellt im *Handbuch der Kunststoffextrusionstechnik* [Hen89].

4.1.1 Doppelschneckenextruder

Ein Compoundierextruder plastifiziert, mischt, verdichtet und fördert einen Thermoplasten durch eine in einem Zylinder laufende spezielle Schneckenengeometrie. Gekennzeichnet ist eine Extruderschnecke dabei grundsätzlich durch die in Abbildung 4.2 dargestellten Größen. Diese zeigt zwar die Grunddaten der Einschnecken-, gilt jedoch auch für die Doppelschneckenanordnung.

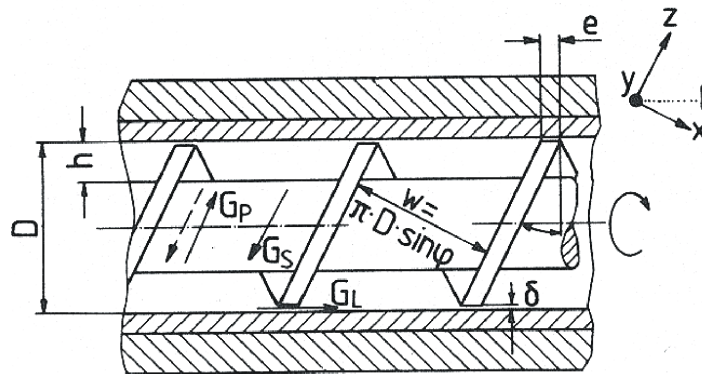


Abbildung 4.2: Definition der Größen einer Extruderschnecke

Hierbei ist D = Zylinderdurchmesser, h = Gangtiefe, φ = Steigungswinkel des Schneckensteges, δ = Spaltweite des Radialspaltes, e = Stegbreite und W = Strecke zwischen zwei benachbarten Stegen [Hen89].

Die Entwicklung des Doppelschneckenextruders ergab sich um 1930 aus der Notwendigkeit, eine gegendruckunabhängig fördernde Maschine zur Verfügung zu stellen, welche außerdem unabhängig sein sollte vom Reibungskoeffizienten zwischen Kunststoff und Zylinderwand bzw. Schneckenoberfläche [Hen89]. Diese Anforderungen wurden

hauptsächlich aus der schwierigen Verarbeitung von Polyvinylchlorid (PVC) abgeleitet, welche ein enges Verweilzeitspektrum, eine Zwangsförderung, eine Beeinflussbarkeit der Massetemperatur durch Schnecken- und Zylindertemperierung und eine niedrige Scherbeanspruchung verlangt.

Unterschieden wird beim Doppelschneckenextruder zwischen Gleich- und Gegenlauf der Schnecken zueinander. Gleichlaufend kämmende Schnecken bedeuten, dass sich beide Schnecken, die grundsätzlich dicht beieinander liegen, mit der selben Winkelgeschwindigkeit in die gleiche Richtung drehen. Jeder Punkt der Oberfläche der einen Schnecke wird von der anderen abgestreift (gekämmt). Diese Anordnung erweist sich in Bezug auf die folgenden Punkte als vorteilhaft:

- Der Extruder hat eine hohe Selbstreinigungswirkung,
- gegenüber einer gegenläufigen Anordnung entsteht vom Einzug bis zur Schnecken spitze ein durchgehender Förderkanal für die Schmelze,
- die Förderung entsteht hauptsächlich aus einer Schleppströmung.

Die Unterscheidung und Berechnung der durch einen im Doppelschneckenextruder vorhandenen Strömungskanal verursachten Druck-, Schlepp-, Längs- und Querströmungen findet sich ebenfalls in [Hen89]. Die grundsätzlichen Richtungen der Strömungen im Kanal verdeutlicht die Abbildung 4.3.

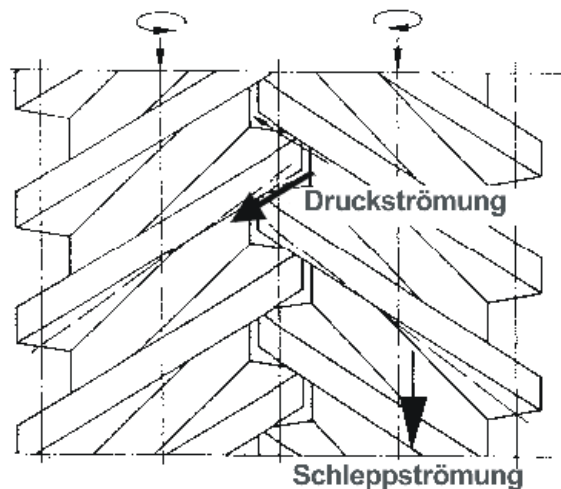


Abbildung 4.3: Richtungen der Druck- und Schleppströmungen im gegenläufigen Doppelschneckenextruder [Joh92]

Das Funktionsprinzip des dichten Kämmens der beiden Schnecken im Doppelschneckenextruder setzt besondere Geometrien voraus und ist auf das Bewegungsprinzip des Extruders zurückzuführen. Es ist wichtig zu erkennen, dass sich gleichlaufende Schneckenprofile nicht aufeinander abwälzen, sondern dass eine Translationsbewegung des einen

Profils um das andere herum stattfindet, wobei eine Kammkante die Flanke des Gegenprofils tangential mit einer konstanten Relativgeschwindigkeit abstreift. Zwischen den Schnecken liegt ein bestimmter Abstand, damit sich die Maschinenteile nicht berühren. Abbildung 4.4 zeigt anschaulich am Beispiel einer gleichlaufenden Förder-Knetelement-Kombination, wie dicht die Schneckenelemente aneinander liegen.

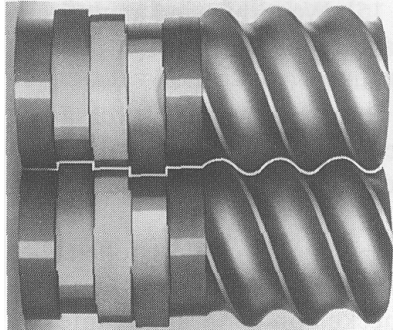


Abbildung 4.4: Förder-Knetelement-Kombination [Hen89]

Besonderer Wert ist bei der Mischaufgabe darauf zu legen, welchen Aufbau die Gesamtschnecke erfährt. Eine Compoundierschnecke ist für die unterschiedlichen Materialien und Mischaufgaben, die an sie gestellt werden, modular aufgebaut, d.h. auf einem durchgehenden Aufnahmedorn², welcher das Drehmoment des Antriebes überträgt, sind einander folgende Schneckenteile bestimmter Länge angeordnet. Die Wirkungsweise jedes einzelnen Verfahrensteiles sowie die Gesamtanordnung sind maßgeblich für die Effektivität des Mischvorganges verantwortlich. Durch die modulare Anordnung sind grundsätzlich unzählige Variationen von Schneckenbauten möglich. In den folgenden Kapiteln wird die verfahrenstechnische Wirkungsweise der Einzelemente beschrieben. Im Anschluss daran wird die Auswahl der verwendeten Schnecke begründet.

4.1.2 Plastifizieren, Fördern, Kneten und Mischen

Die Beschreibung der wirkenden Extruderzonen geschieht über die Definition des Elementes selbst, aber auch über die Länge, welches dieses Element bezogen auf die Gesamtverfahrenslänge einnimmt. Die Länge wird hierbei immer auf den Durchmesser eines Extruders bezogen, also z.B. 25Ax40D, was einen Schneckendurchmesser von 25 mm bei einer Gesamtverfahrenslänge von $40 \times 25 = 1000$ mm benennt.

Der Transport der Masse über den Verfahrensweg geschieht im Doppelschneckenextruder durch die bereits erwähnte resultierende Schleppströmung der Masse. Diese beginnt jedoch nicht mit einem Schmelzeffluss, sondern im Normalfall liefert zunächst ein

²Die Geometrie eines Aufnahmedorns ist durch den Hersteller bedingt und zumeist ein firmeneigenes Patent. Der in dieser Arbeit verwendete Doppelschneckenextruder weist ein Vierkantpolygon auf. Üblich sind ansonsten Vielzahnwellen mit Verdrehsicherung, so dass die Schneckenelemente nur in bestimmten Winkeln zueinander aufgereiht werden können.

tiefgeschnittenes Förderelement unaufgeschmolzenes Granulat an die erste Plastifizierungszone. Der Feststoffeinzug stellt sich dabei wie in Abbildung 4.5 gezeigt dar.

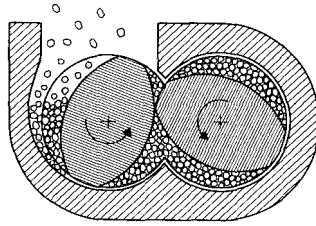


Abbildung 4.5: Schema des Feststoffeinzugs beim gleichlaufenden Doppelschneckenextruder [Hen89]

Ein erstes Aufschmelzen des Thermoplasten findet direkt hinter dem Einzug statt. Eine Kombination aus Förder- und Scherenelementen, wie bereits in Abbildung 4.4 gezeigt, ermöglicht die intensive Dissipation von Scherenergie im beheizten Zylinder und erfüllt die wichtigste Aufgabe beim Plastifizieren dieses strukturviskosen und nur gering Wärme leitenden Werkstoffes. Abbildung 4.6 zeigt sehr anschaulich, wie der Schmelzeffluss vom Förder- auf ein Scherelement übergeht.

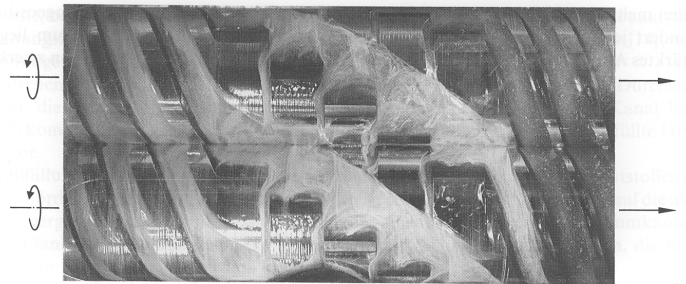


Abbildung 4.6: Förder- und Knetwirkung von Extruderschneckenelementen am Beispiel des Schmelzefflusses [Hen89]

Typische Plasifizieranordnungen sind in Abbildung 4.7 skizziert und in Abbildung 4.8 als Abbildungen ausgeführter Maschinenteile dargestellt. Hierbei kann je nach Aufgabe die Kombination von rechts- oder linksversetzten Knetscheiben, fördernden und auch abstauenden Elementen verwendet werden. Der Zweck des Einsatzes dieser Plastifizierkombinationen ist es, einen möglichst hohen Anteil an Scherenergie im Material zu dissipieren. Eine abstauende Kombination ist dabei ebenso wirksam, wie eine versetzt angebrachte Knetscheibe, welche durch die Erzeugung sehr enger Fließspalte lokal hohe Schergeschwindigkeiten bedingt. Nur das Zusammenspiel von notwendiger aber anteilig geringer Wärmeleitung aus der temperierten Zylinderwand und dem hohen Anteil an dissipierter Scherenergie ermöglicht eine schonende und gut verteilte Wärmezufuhr in

den gering wärmeleitenden Thermoplast.

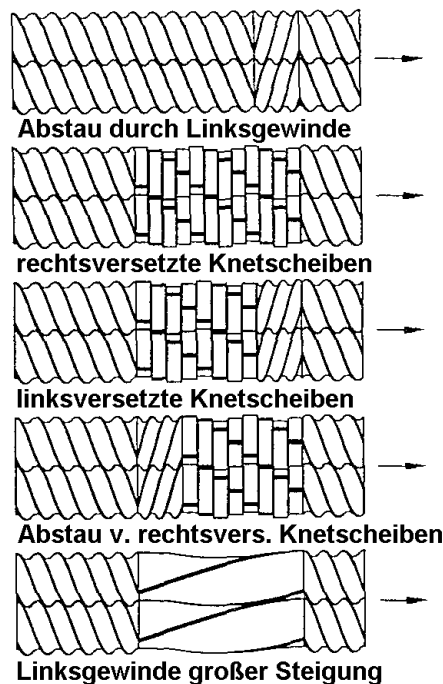


Abbildung 4.7: Typische Plastifizierkombinationen [Hen89]

Zusätzliche Mischelemente werden eingesetzt, wenn die Mischwirkung der Knetblöcke allein nicht ausreicht. Verfahrenselemente - wie zum Beispiel Zahnscheiben - reißen dabei den Schmelzefluss stark auf und vergrößern die reaktive Oberfläche. Derartige Mischelemente finden unter anderem Anwendung beim Lösen von chemischen oder physikalischen Treibmitteln im Polymer (z.B. bei der Herstellung von expandierbaren Thermoplasten). Für die Herstellung von ultrahochgefüllten Compounds erscheint der Einsatz von Zahnscheiben nicht geeignet, da einerseits die Mischwirkung der Knetblöcke vollkommen ausreicht und andererseits Zahnscheiben empfindlich gegenüber abrasiven und hochviskosen, d.h. große Zahnflankenpressungen erzeugenden, Medien sind.

4.1.3 Der gewählte Schneckenaufbau

Der für diese Arbeit verwendete Doppelschneckenextruder (Berstorff ZE 25Ax40D-UTS-UG, Berstorff GmbH, Hannover, Deutschland) lässt einen modularen Schneckenaufbau der unterschiedlichen Elemente auf einem Vierkantpolygon als Welle zu. In Abbildung 4.4 sind die verwendeten Elemente abgebildet.

Der gesamte verfahrenstechnische Prozessaufbau im Extruder ist in Abbildung 4.9 dargestellt. Nach Einfüllen des granulatförmigen Basispolymers und den notwendigen



Abbildung 4.8: Schneckenelemente des verwendeten Extruders. Links: breite rechtslaufende Scherelemente, Mitte: zweigängige Förderelemente, Rechts: schmale rechtslaufende Scherelemente

Additiven im gekühlten Einzugsbereich findet eine Erwärmung des Zylinders auf 240°C statt. Das Material durchläuft nach dem Einzug über 4,5·Durchmesser (D) den in Tabelle 4.1 dargestellten Elementaufbau:

Tabelle 4.1: Elementaufbau des Doppelschneckenextruders

| Elementlänge | Bezeichnung / Aufgabe |
|--------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| 1,0 D | fördernde Kompression |
| 3,0 D | rechtsläufiges Kneten schmaler Elemente |
| 1,0 D | fördernde Kompression |
| 2,0 D | rechtsläufiges Kneten schmaler Elemente |
| 0,5 D | rückstauende Kompression |
| 6,0 D | kompressionslose Förderung mit Entgasung und Seiteneinfütterung des Füllstoffes |
| 2,0 D | fördernde Kompression |
| 4,0 D | rechtsläufiges Kneten breiter Elemente |
| 4,5 D | kompressionslose Förderung mit Entgasung; Kühlung auf 230°C |
| 1,0 D | fördernde Kompression |
| 2,0 D | rechtsläufiges Kneten |
| 0,5 D | rückstauende Kompression |
| 6,0 D | kompressionslose Förderung |
| 2,0 D | fördernde Kompression |

Danach erfolgt der Austrag durch eine schlitzförmige Düse mit der Breite 40 mm und der Höhe 10 mm. Das Compound wurde durch einen anschließenden Zerkleinerungsschritt in einer Schneidmühle (S15 20L, Dreher GmbH & Co.KG, Aachen, Deutschland) für den Spritzgießprozess vorbereitet.

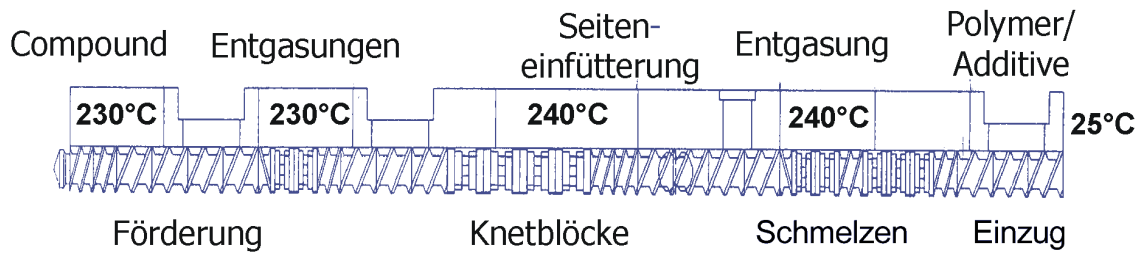


Abbildung 4.9: Verwendeter Schnecken Aufbau des Doppelschneckenextruders 25Ax40D, Berstorff

Der beschriebene Schnecken Aufbau hat sich bei der Herstellung des ultrahoch gefüllten Compounds als überaus zweckmäßig erwiesen. Alle Ziele der effektiven Compoundierung konnten hierdurch erreicht werden:

- Eine geringe Verweilzeit für die Mischung wurde eingehalten,
- die Dispergierung konnte ohne Entmischungen und Agglomerationen durchgeführt werden,
- die herrschenden Drücke und aufzuwendenden Drehmomente konnten unter den Abschaltkriterien (siehe Abschnitt „Prozessparameter“) gehalten werden und
- das Compound erwies sich als thermoplastisch verarbeitbar durch Extrusion und Spritzguss.

4.1.4 Prozessparameter der Compoundierung

Neben den vorgegebenen Temperaturen der Compoundierung, wie sie im vorherigen Abschnitt beschrieben wurden, sind Drehzahl und Drehmoment entscheidende Prozessparameter.

Zwar gilt grundsätzlich die Forderung nach einer grenznahen Belastung des Extruders im Hinblick auf diese Parameter, jedoch hat sich die ultrahohe Füllung des Thermoplasten mit nahezu 70 Vol.% selbst als ein Grenzbereich der Verarbeitung erwiesen, in dem das gerade noch fließfähige Compound bei nur sehr geringer Erhöhung des Füllgrades dazu neigt, spontan seine Fließfähigkeit zu verlieren (siehe Kapitel 3.3). Weil die Compoundierung an der Grenze dieses Bereiches ausgeführt wurde, waren unregelmäßig auftretende Druckstöße und Drehmomentanstiege unvermeidbar. Wahrscheinlich liegt bei der Mischung der Komponenten im Extruder immer wieder eine kurzfristige Feststoffförderung vor, die sich jedoch durch die Matrix noch lösen lässt. Die Abbildungen 4.10 und 4.11 zeigen die Messwerte der eingebrachten Antriebsleistung und den am Kopf flansch des Extruders gemessenen Druck.

4 Compoundierextrusion und Spritzguss

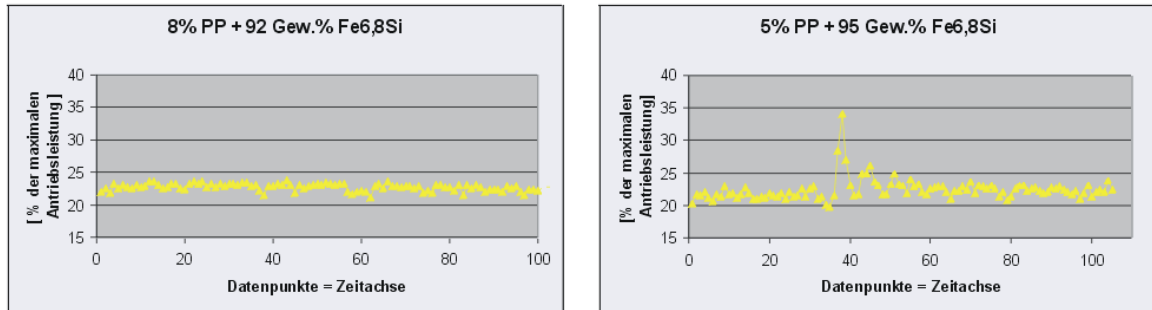


Abbildung 4.10: Vergleich der Antriebsleistungen des Extruders bei 57 Vol.% (= 92 Gew.%) und 69 Vol.% (= 95 Gew.%) Füllung

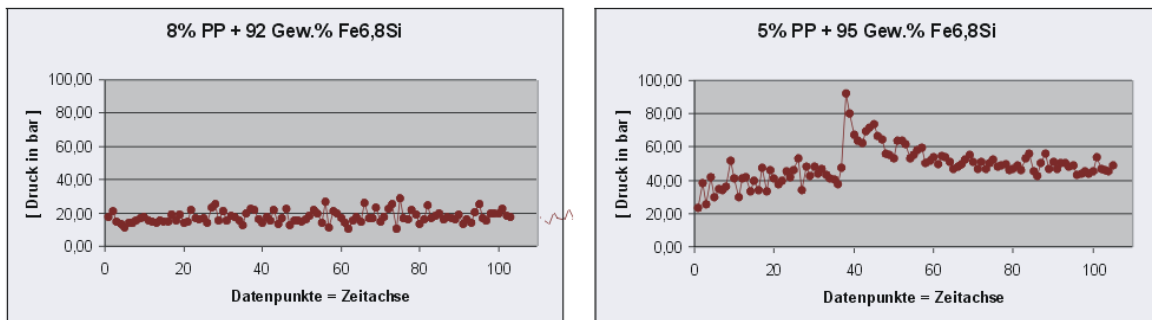


Abbildung 4.11: Vergleich der Druckverläufe am Kopfflansch des Extruders bei 57 Vol.% (= 92 Gew.%) und 69 Vol.% (= 95 Gew.%) Füllung

Der Vergleich zwischen den Füllungen mit jeweils 57 und 69 Volumenprozent Füllstoff zeigt auf, welche Art von Belastung bei den jeweiligen Parametern auftreten kann. Während Leistung und Druck bei 57 Volumenprozent Füllung noch gleichmäßig und bei insgesamt niedrigen Werten verläuft, weisen diese Werte bei der hohen Füllung derart starke Schwankungen auf, dass fast ständig ein Auslösen der Überlastsicherungen des Extruders zu erwarten war. Dementsprechend wurden alle Prozessparameter nur sehr niedrig eingestellt - es ist nicht möglich, den Extruder für diese Mischaufgabe zunächst mit z.B. 90% seiner Antriebsleistung für den Austrag von reinem Matrixmaterial zu belasten und dann den hohen Grad an Füllstoff zuzugeben.

4.1.5 Peripherie

Neben dem Hauptverfahrensstrang des Extruders und den Schnecken selbst ist die Peripherie bezüglich der Zudosierung von Ausgangsstoffen bedeutend. Mittels einer Differential-Dosierwaage (FlexWall 33, Brabender Technologie, Duisburg, Deutschland) und der Seiteneinfütterung des Füllstoffes, die durch eine weitere Differentialwaage (Soder T20, K-Tron GmbH, Lengerich, Deutschland) gespeist wird, konnten die Compounds mit sehr guter Dosiergenauigkeit hergestellt werden. Alle Massenfüllgrade wurden bezüglich ihrer Genauigkeit am Compound thermogravimetrisch verifiziert. Hierbei herrschte eine sehr gute Übereinstimmung.

Die Seiteneinfütterung wurde bei den zu erreichenden hohen Füllgraden durch eine Vorwärmung optimiert. Voruntersuchungen haben gezeigt, dass die Einfütterung des Füllstoffes bei Raumtemperatur eine sehr starke Abkühlung des Schmelzefflusses und damit sehr hohe Drehmomente am Extruderantrieb bedingt. Aus diesem Grund wurde der Füllstoff auf eine Temperatur von 150°C vorgewärmt. Diese Vorwärmung erfolgte durch ein elektrisches Widerstandsheizband (Tyco Thermal Controls, Duisburg, Deutschland).

4.1.6 Compoundbeschreibung

Aus den bisher beschriebenen Materialien und Verfahren wurde ein rieselfähiges thermoplastisches Compound mit einer Dichte von rund $5,9 \frac{g}{cm^3}$ erzeugt. Das Compound enthält rund 69 Volumenprozent FeSi_{6,8} und ein durchschnittliches Porenvolumen von rund 8%. Durch das Strangaustrag- und nachgeschaltete Mahlverfahren zeigt sich eine stark heterogen verteilte Kornform des Schüttgutes mit sowohl stäbchenförmigen zylindrischen Geometrien bei Durchmessern von ≤ 3 mm und Aspektverhältnissen von ≤ 5 , wie auch unregelmäßig gebrochenen Partikeln des Durchmessers ≤ 7 mm. Abbildung 4.12 zeigt die vorliegenden Partikel.

Das Compound musste zum Schutz gegen Rost vor Feuchtigkeit geschützt werden, ist aber nicht direkt als hygroskopisch zu bezeichnen, wie z.B. Polyamid. Verfahrenstechnisch ist zu bemerken, dass ein mechanisch harter Füllstoff in die Thermoplastmatrix eingebettet ist. Es empfiehlt sich daher die Verwendung von verschleißfest aus-



Abbildung 4.12: Partikelgrößen und -formen des erzeugten ultrahoch gefüllten Compounds

gerüsteten Plastifiziereinheiten bei jeglicher Art von Schmelzverarbeitung dieses Materials. Während der Compoundierungen im Rahmen dieser Arbeit konnte jedoch kein abrasiver Verschleiß an den verwendeten Maschinenteilen festgestellt werden. Dies wird, neben der absolut geringen Mengen von ca. 80 kg hochgefülltem Compound, auf die sphärische Partikelform des $\text{FeSi}_{6,8}$ zurückgeführt.

4.2 Spritzguss

Das Spritzgießen thermoplastischer Formmassen zu Bauteilen mit komplexen Geometrien bei hohen Losgrößen hat sich als eine der wirtschaftlichsten Produktionsformen des Urformens etabliert. Der Bau von Spritzgießmaschinen hat im Jahr 2001 fast ein Viertel des Kernmaschinenbaus der Kunststoffindustrie ausgemacht [N.N01]. Die in der Kunststofftechnik insgesamt hergestellten Maschinen und ihre Anteile an der Produktion sind in Abbildung 4.13 dargestellt.

Die Kunststoffverarbeitung, seine Erzeugung und der Kunststoffmaschinenbau bildeten im Jahr 2001 den siebtgrößten Zweig des verarbeitenden Gewerbes in Deutschland. 6.800 Unternehmen beschäftigten über 380.000 Mitarbeiter bei einem Gesamtumsatz von 64 Mrd. Euro [N.N01].

Im Spritzgießprozess werden neben der gesamten Bandbreite der Massenkunststoffe (z.B. Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polyvinylchlorid (PVC)), die technischen (z.B. Polyamid (PA), Polycarbonat (PC), Polymethylenmethacrylat (PMMA)) wie auch die Hochtemperaturkunststoffe (z.B. Polyphenylensulfid (PPS), die Gruppe der Polyaryletherketone (PAEK), die Flüssigkristallpolymere (LCP) und Polyimid (PI)) verarbeitet. Alle Kunststoffe können hierbei chemische oder durch Füllstoffe hervorgerufene Modifikationen aufweisen, können elektrisch leitfähig eingestellt werden [Kno96], magnetisch gefüllt (wie in dieser Arbeit beschrieben), glas- oder kohlefaserverstärkt, eingefärbt

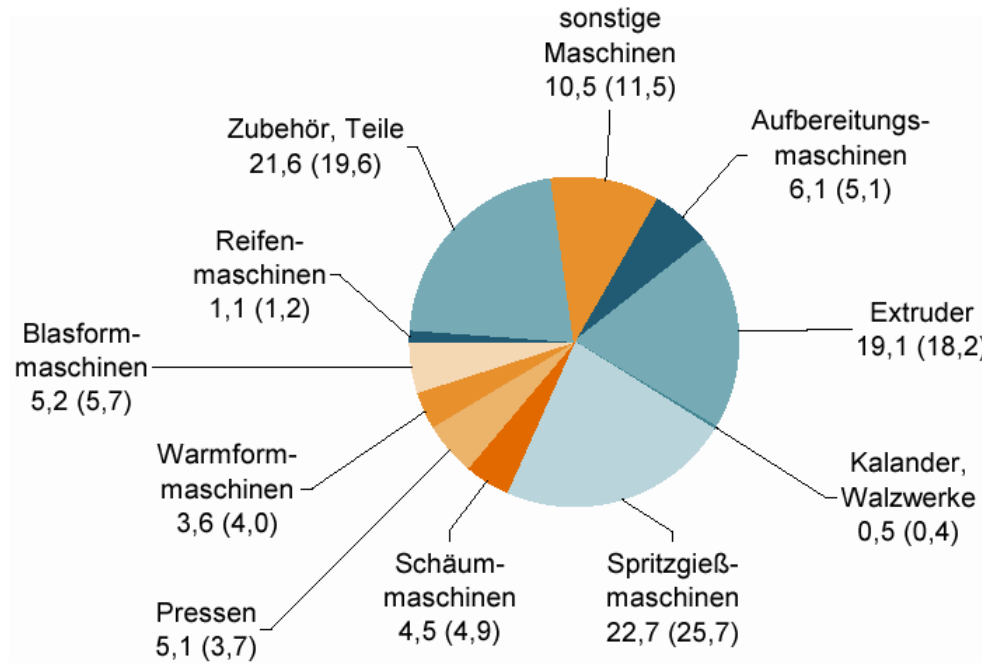


Abbildung 4.13: Anteile der Maschinenarten am Kerngeschäft des Kunststoffmaschinenbaus [N.N01]

oder mit Additiven beladen sein. Die Bandbreite der Modifikationen lässt es theoretisch zu, zu jeder Anwendung, die ein spritzgegossenes Bauteil enthält, ein eigenes Material zu erzeugen. Diese Möglichkeit wird nur durch die entstehenden Kosten der notwendigen Compoundierung oder die teuren Spezialkunststoffe beschränkt.

4.2.1 Maschinendarstellung

Die Darstellung der Spritzgießmaschinenteknik allgemein, ihre anlagentechnischen Besonderheiten sowie die angepassten Regelungen und Steuerungen sind neben anderen Autoren umfassend im *Handbuch Spritzgießen* von Johannaber und Michaeli dargestellt [Joh02]. Das für diese Arbeit notwendige grundsätzliche Verständnis für die verwendete Maschine soll zunächst anhand der Abbildung 4.14 vermittelt werden.

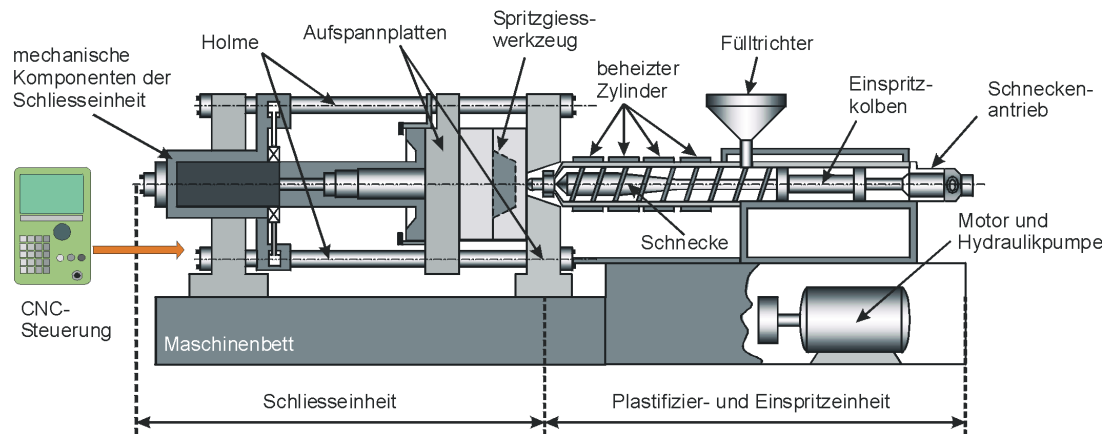


Abbildung 4.14: Schema einer vollhydraulischen Spritzgießmaschine mit holmgelagerten Aufspannplatten [Bos00]

Antriebskonzepte

Eine vollhydraulische Spritzgießmaschine zeichnet sich im Gegensatz zu elektrisch angetriebenen oder hydraulisch-elektrischen Hybridanlagen durch eine zentrale Versorgung mit Öldruck aus. Jede Hauptmaschinenbewegung wird über diesen Öldruck ausgeführt. Den Vorteilen des einfachen Aufbaus der zentralisierten Antriebseinheit vollhydraulischer Maschinen stehen die extrem hohen Geschwindigkeiten, die Möglichkeit zur Parallelbewegung und eine höhere Energieeffizienz der elektrischen- oder Hybridmaschinen gegenüber.

Schließeinheit

Im Schema zu sehen ist eine hydraulische Schließeinheit mit Holmführung der Traversen (Aufspannplatten). Auch hierbei werden unterschiedliche Bauarten ausgeführt, z.B. der Kniehebelverschluss oder das hydraulische Schließsystem mit Schnellfahrzylinder und Druckdose (Bauart Battenfeld). Holmlose Maschinen (Bauart Engel) weisen den Vorteil auf, dass die schließkraftübertragenden Holme die Traversenaufspannfläche nicht begrenzen. Sie haben damit eine erheblich verbesserte Zugänglichkeit für den Einrichter oder den Entnahmeroboter sowie für rotierende Werkzeugmodule. Die Handhabung der leicht winklig zueinander stehenden Werkzeugaufspannplatten (Traversen)³ verlangt jedoch gerade wegen des Anstellwinkels eine gewisse Erfahrung mit dieser Art von Schließsystem.

³Die Schließkraftübertragung der holmlosen Maschine erfolgt über das sehr steif ausgeführte Maschinenbett. Da jedoch die Kraft nicht zentrisch aufgebracht werden kann, müssen die Traversen einen Anstellwinkel aufweisen, welcher erst durch eine elastische Verformung unter Schließkraft die erforderte Planparallelität für ein exaktes Schließen des Werkzeuges erzeugt.

Plastifizier- und Einspritzeinheit

Die Plastifiziereinheit einer Spritzgießmaschine muss den Materialeigenschaften der geringen Wärmeleitfähigkeit, der Scherverdünnung und dem thermisch-oxidativen Abbau von Polymeren durch eine geringe Verweilzeit Rechnung tragen. Aus diesem Grund haben sich die Schneckenextruder in der Praxis durchgesetzt. Die Zuführung des Rohstoffes erfolgt durch eine zentrale Materialversorgung über Rohrleitungen oder, bei geometrisch kleinen Bauteilen (d.h. geringen Materialvolumina pro Fertigungsschritt) oder kleinen Losgrößen, über den Speicher eines Materialtrichters. Grundsätzlich sollte ein Rohstoff für den Spritzgießprozess rieselfähig sein und nicht zum Verklumpen neigen⁴. Der Rohstoff wird von der Plastifiziereinheit in den Zylinder eingezogen. Der Aufbau dieser Schnecke unterscheidet sich von der in einem Compoundierextruder verwendeten, die in Kapitel 4.1 beschrieben wurde (siehe Abbildung 4.15).

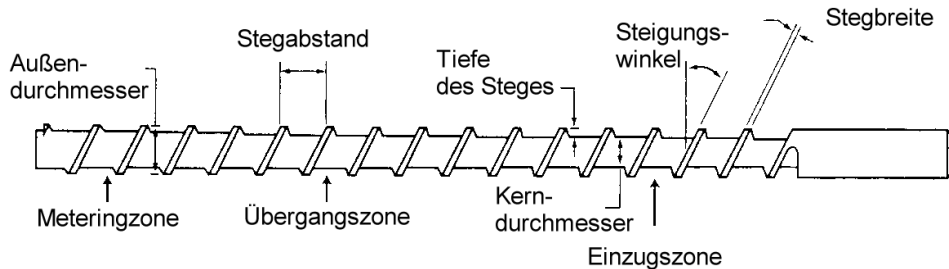


Abbildung 4.15: Schema der Plastifizierschnecke einer Spritzgießmaschine [Ger97]

Die Schnecke einer Spritzgießmaschine ist im Gegensatz zur Compoundierschnecke nicht modular aufgebaut und besteht aus der für den Einzug von Granulatkörnern ausreichend tiefgeschnittenen und gekühlten Einzugszone, der ansteigenden Kompressionszone, in welcher durch Scherenergie und Wärmeleitung das Plastifizieren erreicht wird⁵ und der Metering- oder Austragszone, welche, wenn überhaupt, nur einen geringen Anstieg des Kerndurchmessers aufweist. Praktische Erfahrungen haben gezeigt, dass eine Standardlänge der Schnecke von $20 \cdot \text{Durchmesser} \pm 2$ für die Aufgabenerfüllung ausreichen [Joh02]. Während die Einzugszone mit etwa 13D rund 60% der Verfahrenslänge ausmacht, entfallen auf die Kompressions- und Meteringzone jeweils ca. 4,5D, also je 20%. Für die Auslegung von Plastifiziereinheiten gelten Modellgesetze, welche die rheo-

⁴Beim Elastomerspritzgießen liegt der Rohstoff auch in Bahnen vor, die über einen geeigneten Einzug der Schnecke zugeführt werden und die diese dann selbständig einzieht. Nicht rieselfähige Ausgangsstoffe wie z.B. stark faserhaltiges Mahlgut oder unregelmäßig gebrochene Naturfasercompounds können zwar prinzipiell durch Stopfwerke der Plastifizierung zugeführt werden, jedoch ist ihre Prozessstabilität fraglich. Die Rieselfähigkeit sollte bei einem durch Spritzguss zu verarbeitenden Compound einen hohen Stellenwert einnehmen.

⁵Durch die Tatsache der geringen Wärmeleitfähigkeit eines polymeren Werkstoffes erfolgt die Einbringung der Aufschmelzenergie zu rund 80% durch Dissipation und nur zu 20% durch Wärmeleitung.

logischen Eigenschaften der zu verarbeitenden Polymere berücksichtigen⁶. Eine wichtige Schneckenkomponente stellt die Rückstromsperre dar. Sie bildet die Voraussetzung, um die fördernde Schnecke gleichzeitig als Einspritzkolben nutzen zu können und ist zumeist als ringförmige metallische Rückschlagdichtung ausgeführt. Erst durch sie wird die Aufbringung von Staudruck auf die Schmelze beim Plastifizieren und ein hoher Spritzdruck überhaupt möglich.

4.2.2 Verfahrensablauf des Spritzgießens

Die grundsätzlichen Schritte des Spritzgießverfahrens sind am besten durch eine Abbildung zu verdeutlichen. Stitz unterteilt in [Sti01] das Verfahren in sechs grundsätzliche Schritte.

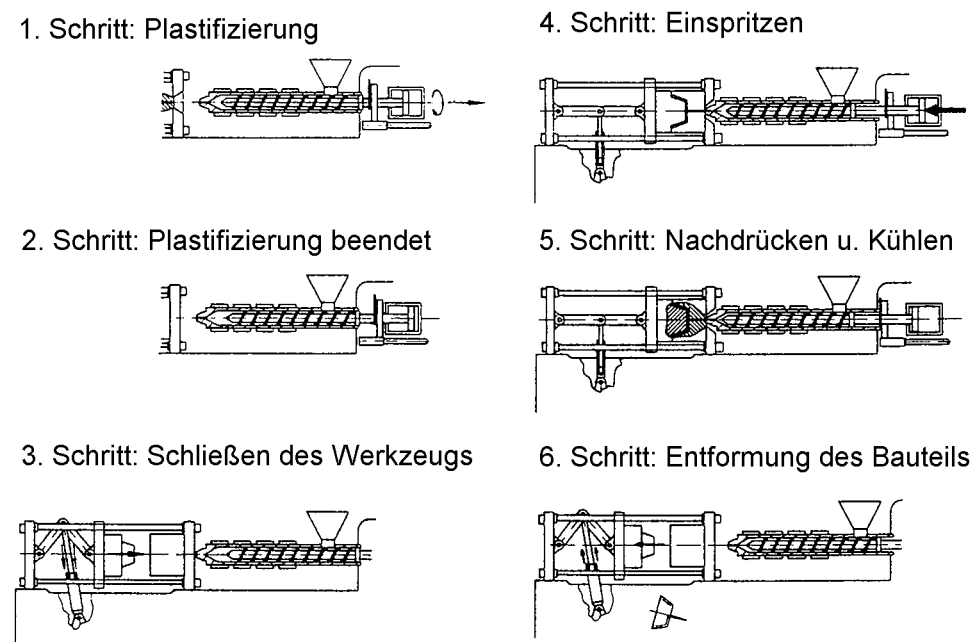


Abbildung 4.16: Verfahrensablauf des Spritzgießens [Sti01]

Während der **Plastifizierung** wird das Granulat durch die in Abschnitt 4.2.1 beschriebenen Vorgänge eingezogen, aufgeschmolzen und als Massepolster vor die Schnecke gefördert. Ist die **Plastifizierung beendet**, befindet sich vor der Schnecke das Volumen an Masse, welches für die Ausfüllung des Bauteils inkl. des Schwindungsvolumens erforderlich ist. Falls erforderlich, befindet sich das Massevolumen unter einem vorgegebenen sog. Staudruck, einem Druck, gegen den die Plastifizierung zum Beispiel zur Erzeugung

⁶Die Darstellung der relevanten Theorie findet sich u.a. im *Handbuch Spritzgießen* [Joh02], Seite 734ff; die Darstellung dieser Theorie trägt nicht zum Verständnis der hier vorgenommenen Untersuchungen bei. Das hochgefüllte Compound FeSi-PP wurde auf einer Standardschnecke verarbeitet.

einer besseren Schmelzehomogenität, erfolgen muss. Wenn die Schnecke, wie im Bild gezeigt, vom Werkzeug abgefahren ist, muss die Einspritzdüse verschlossen sein, sonst würde der Staudruck die Schmelze nach vorne auslaufen lassen⁷. Das **Werkzeug wird geschlossen** und die Schnecke wird an die Angussbuchse herangefahren. In diesem Zustand ist ein **Einspritzen** möglich - Düse und Angussbuchse bilden einen metallischen Dichtspalt. Die Schmelze wird unter hohem Druck und mit hohen Geschwindigkeiten in die Kavität eingespritzt. Üblicherweise wird die Einspritzgeschwindigkeit dabei vorgegeben und der hierzu notwendige Druck nach oben begrenzt⁸.

Für einen dichte-konstanten Feedstock aus dem Pulvermetallspritzgießen stellt sich beim Einspritzen und Erstarren der in Abbildung 4.17 dargestellte schematische Druckverlauf gegen die Temperatur dar. Der Druck in der Kavität steigt dabei bei hoher Temperatur über die Verdichtung bis zum Siegelpunkt an. Während der Kühlzeit nehmen Druck und Temperatur stetig ab. Bei Erreichen des Umgebungsdruckes folgt die Entformung des Bauteils.

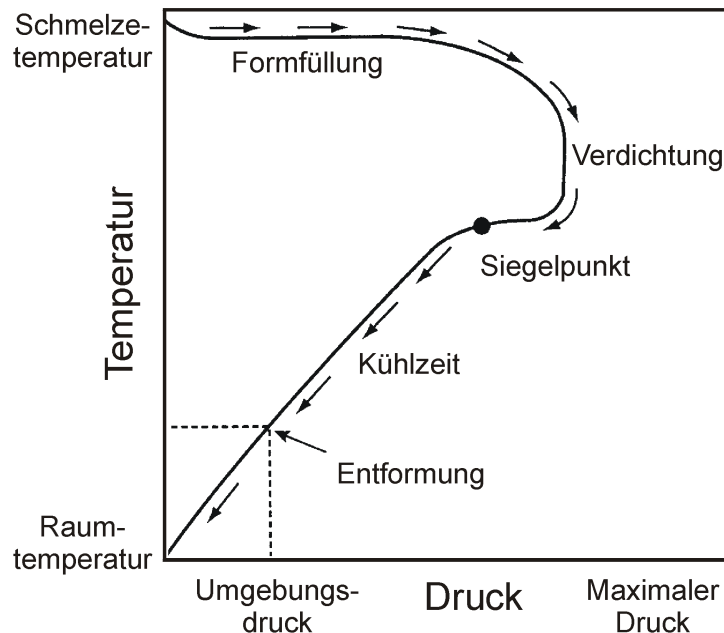


Abbildung 4.17: Temperatur-Druck-Kurve für einen dichte-konstanten Feedstock [Ger97]

Grundsätzlich kann der Druckverlauf auch über die Zeit dargestellt werden, was eine leicht veränderte Darstellung ergibt. Abbildung 4.18 stellt den Druckverlauf gegen die Zeit dar und beschreibt, welche Punkte und Verläufe ausschlaggebend für die

⁷Die Plastifizierung kann auch während anliegender Düse durchgeführt werden. In diesem Falle wirkt der Staudruck auf den Anguss oder, wenn vorhanden, auf das Heißläufersystem und kann nachdruckunterstützend wirken.

⁸Die Drucksteigerung, die notwendig ist, um die vorgegebene Geschwindigkeit zu erreichen, ist charakteristisch für die Fließ- und Erstarrungseigenschaften der Schmelze.

Gestalt des Formteils sind. Rheologische und die Erstarrung der Schmelze betreffende Zusammenhänge verknüpfen die Prozessparameter des Spritzgießzyklusses mit den Qualitätsparametern der entstehenden Bauteile. Die Abbildung stellt einige dieser Verknüpfungen dar,

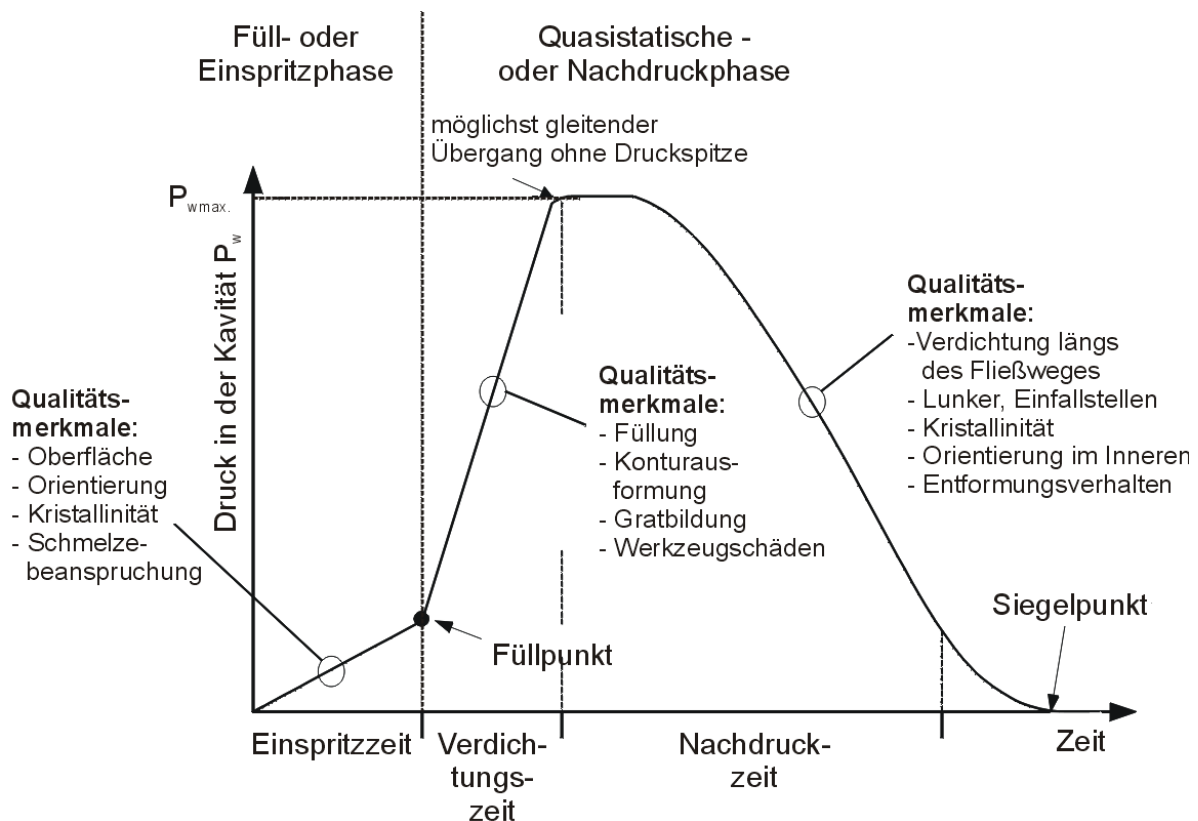


Abbildung 4.18: Druckverlauf in der Kavität während Einspritzen und Nachdrücken; Darstellung der relevanten Qualitätsmerkmale [Bos00]

Während der Einspritzzeit steigt der Druck in der Kavität bis zum volumetrischen Füllpunkt an. Während dieser Phase bildet sich eine Fließfront der Schmelze im zu füllenden Hohlraum aus, die sich nach Abbildung 4.19 darstellt.

Die Ziffer 1 kennzeichnet in dieser Abbildung die erstarrende Randschicht an der Wand der Kavität. Durch Wärmeleitung wird die Höhe dieser Randschicht mit fortschreiten der Zeit größer. Eine beispielhafte scharfe Querschnittsänderung erzeugt das mit Ziffer 2 bezeichnete Schergeschwindigkeitsprofil, welches an einer solchen Änderung sehr hoch sein kann. Die hochviskose Haut der strömenden Schmelze an der Werkzeugwand (Ziffer 3) erstarrt, während die Haut an der Spitze der Strömung (Ziffer 4) eine Dehnströmung erfährt [Joh02]. Die hohe Schergeschwindigkeit der Fließ- und Dehnströmungen bewirken die in Kapitel 3 beschriebene Scherverdünnung, die zum leichten Fließen einer Polymer-schmelze beiträgt. In der Abbildung ist auch dargestellt, wie sich der Schmelzeffluss und

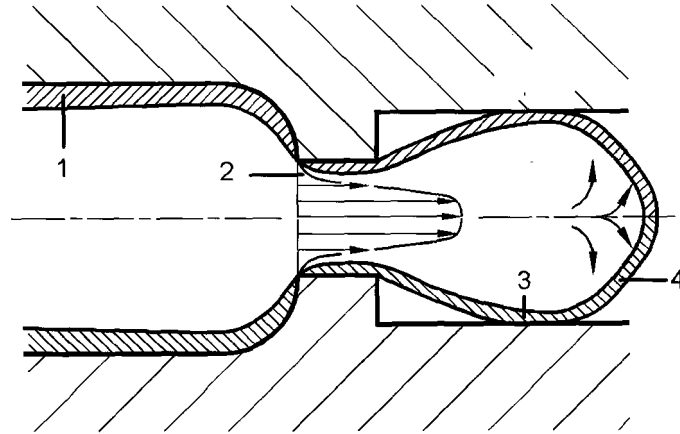


Abbildung 4.19: Ausbreitung einer Fließfront beim Spritzgießen [Sti01]

die Werkzeuggeometrie auf die Qualität des Formteils auswirken kann: hinter der Querschnittsveränderung kann der Schmelzestrom den hinter der Wand verbleibenden Raum nicht in Fließrichtung ausfüllen. Außerdem ist dort Luft eingeschlossen, welche nur bis zu einem gewissen Druck komprimiert werden kann⁹.

Druckmessungen, die beim Einspritzen vorgenommen werden, unterliegen bestimmten maschinentechnischen Voraussetzungen. Die Anzeige des anliegenden Hydraulikdruckes der Maschine beim Einspritzen ist nicht gleichzusetzen mit dem in der Kavität anliegenden Druck. Abbildung 4.20 zeigt schematisch, dass die Druckübergabe von dem erzeugenden Zylinder hinter der Schnecke bis zum Werkzeug mit hydraulischen Verlusten behaftet ist. Eine Werkzeuginnendruckmessung ist daher der Hydraulikdruckmessung immer vorzuziehen.

Nachdem die Kavität volumetrisch bis zum Füllpunkt ausgefüllt wurde, tritt eine Verdichtung ein. Neben dem sehr hohen Druckgradienten ist in diesem Schritt auch die Gratbildung, die entsteht, wenn der Schließdruck der Maschine von der auftreibenden Kraft durch die Schmelzeinspritzung übertroffen wird, für die Konturausformung des Bauteils verantwortlich. Die auftreibende Kraft entsteht durch den Spritzdruck, der auf die projizierte Fläche der Kavität wirkt ($Druck = \frac{Kraft}{Fläche}$). Aufgrund der baulichen Gegebenheiten der Maschine entsteht das in Abbildung 4.21 gezeigte Spannungsschaubild.

Nicht nur die Federkonstanten von Maschine und Werkzeug gehen in die Bestimmung der maximalen Formzuhaltekraft ein, sondern auch die Frage, ob das Werkzeug sehr

⁹Ein wichtiges Qualitätskriterium bei Spritzguss-Formteilen sind auftretende Brandstellen, die durch eingeschlossene und, wenn sie nicht durch Dichtspalte oder Werkzeugeinsätze entweichen kann, durch die starke Komprimierung erwärmte Luft entstehen können. Dieser, nach der Selbstzündung des Dieselmotors benannte „Diseleffekt“ muss konstruktiv oder im Rahmen der Möglichkeiten durch niedrigere Einspritzgeschwindigkeiten und -drücke ausgeglichen werden.

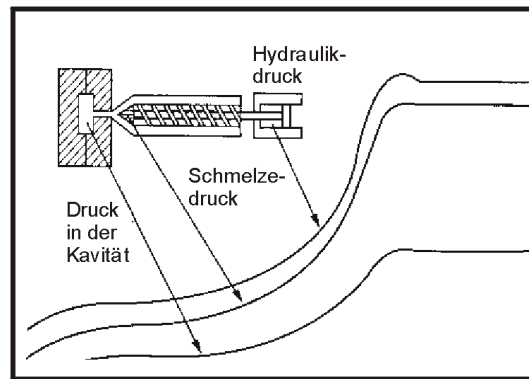


Abbildung 4.20: Schematischer Vergleich der Drücke an Hydraulikzylinder, Schmelze und Werkzeug [Ger97]

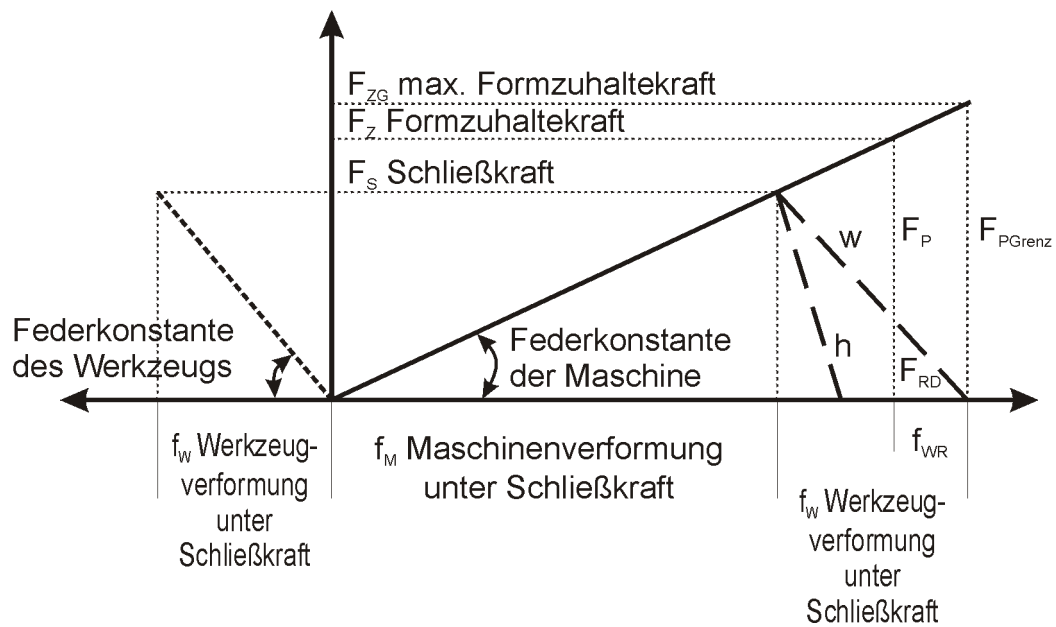


Abbildung 4.21: Verspannungsschaubild Spritzgießwerkzeug - Schließeinheit [Sti01]

steif (h) oder eher weich (w) reagiert, ist ausschlaggebend. Bei einem steifen Werkzeug mit geringer Rückfederung tritt ein Überspritzen der Schmelze über die Kavität hinaus (Gratbildung) bei geringerer Druckkraft schneller ein als bei einem weichen; jedoch wird die Maschine weniger belastet. F_{RD} ist die Restzuhaltekraft, die die Maschine noch aufbringen kann, wenn der Spritzdruck das Werkzeug durch die Kraft F_P aufzutreiben versucht. Wird F_P größer als F_{PGrenz} , dann tritt Überspritzen ein.

Der Nachdruck sollte möglichst genau an der Stelle eingeschaltet werden, an der die Kavität durch die Verdichtung vollständig und ohne Fehlstellen gefüllt ist. Andernfalls kann diese Umschaltung einen Druckstoß provozieren, der jedoch durch eine sorgfältige Auswertung des Formfüllungs-Vorganges¹⁰ vermieden werden kann. Nachdruckhöhe und Nachdruckzeit gleichen den Volumenschrumpf des Bauteils beim Erreichen des Siegelpunktes aus. Dieser kann in einem Diagramm dargestellt werden, das das spezifische Volumen (Dichte) über die Temperatur bei unterschiedlichen Drücken für einen teilkristallinen erstarrenden Thermoplasten aufzeigt (Abbildung 4.22).

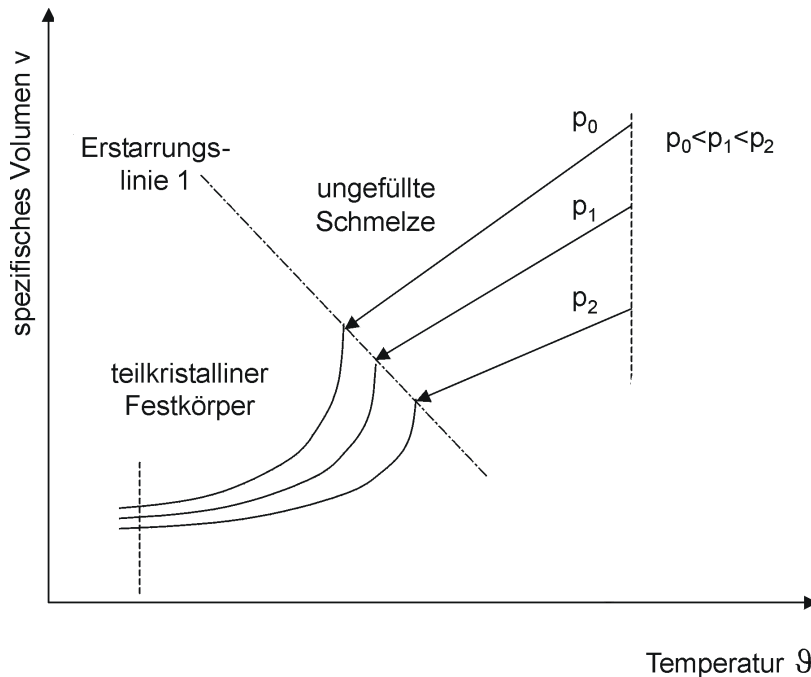


Abbildung 4.22: p-v-T-Diagramm eines teilkristallinen Thermoplasten

¹⁰Für ein neues Werkzeug bietet sich neben der Simulation der Fließfrontausbreitung durch eine geeignete Software wie z.B. MoldFlow (R) immer eine Füllstudie der Formteile an. Hierbei wird mit ansteigendem Dosiervolumen und ohne Nachdruckaufbringung die volumetrische und verdichtete Menge an Schmelze für das Bauteil bestimmt. Dieser Wert, angegeben in Kubikzentimeter oder in mm Zylinderweg, ist der Umschaltzeitpunkt von Spritz- auf Nachdruck.

Die Erstarrung einer Schmelze mit ihrer relativ niedrigen Dichte bei Verarbeitungstemperatur aus bis hin zur höheren Dichte des Festkörpers bei Raumtemperatur ist auch abhängig vom vorherrschenden Druck. Dieser verschiebt den Erstarrungspunkt, d.h. den Punkt, an welchem durch Unterschreitung der Kristallbildungstemperatur Feststoffe in der Schmelze gebildet werden, zu höheren Temperaturen, da durch die Komprimierung die Makromoleküle eher stabile Kristallisationskeime bilden und so Kristallbildung und -wachstum zu höheren Temperaturen hin verschoben werden. Nach Bildung der ersten Kristallkeime nimmt das spezifische Volumen schlagartig ab. Diese Schwindung muss durch den anliegenden Nachdruck beim Spritzgießen ausgeglichen werden. Der Nachdruck kann ausschließlich durch eine schmelzflüssige Seele im Formteil wirken. Durch seine fortschreitende Erstarrung von der Werkzeugwand ausgehend nach innen kann als Funktion der Zeit immer weniger Nachdruck zugeführt werden, bis schließlich der Siegelpunkt (siehe Abbildung 4.18) erreicht ist, an dem entweder der Anguss oder der direkt vor einem Heißkanal liegende Bauteilabschnitt erstarrt ist.

Die **Entformung des Bauteils** erfolgt in den meisten Fällen durch Zwangsentformung. Formgebende Ausstoßer drücken das Formteil bei geöffnetem Werkzeug heraus. Je nach konstruktiver Lösung oder der eventuell durch Hinterschnitte bedingten Entformung von Kernen oder Schiebern löst sich das Bauteil vom Werkzeug und kann entnommen werden. Die Entformung des Spritzgießteils kann auf vielfältig konstruierte Arten geschehen, muss aber jederzeit gewährleisten, dass die Entformung schnell, sicher und ohne Schäden für das Bauteil durchgeführt werden kann. Sie kann durch externe, z.B. aerosole Trennmittel auf die Form aufgebracht, aber auch durch das Einblasen von Luft durch innen liegende Verschlussdüsen oder durch geometrisch angepasste Auswerfer (z.B. Hülsen) unterstützt werden. In jedem Falle muss die Werkzeugkonstruktion Entformungsschrägen an allen in Entformungsrichtung zeigenden Kanten und Flächen berücksichtigen. Ohne wenigstens minimale Entformungsschrägen¹¹ wird die Entformung sehr hohe Kräfte benötigen, welche das Formteil oder die auswerfenden Werkzeugkomponenten schädigen können.

Nach der Entformung ist bei dem Kunststoff-Formteil mit einer gewissen **Nachschwindung** zu rechnen, die grundsätzlich materialspezifisch ist. Der Anteil der geometrisch zu berücksichtigen Schwindung des Bauteils innerhalb von 24 Stunden nach der Entformung liegt bei ungefüllten Thermoplasten je nach Struktur im Bereich zwischen 0,5 und 2%. Dies bedeutet für den Konstrukteur, dass das Werkzeug ein in diesem Bereich liegendes Aufmaß erhalten muss. Nur so sind die geometrischen funktionsbestimmenden Toleranzen des Spritzgießteils einzuhalten. Die Nachschwindung wird durch die Einbringung von Füllstoffen beeinflusst. Eigene Untersuchungen haben gezeigt, dass durch die Einbringung von 44 Vol.% Magnetit in eine Polypropylenmatrix die Nachschwindung von 1,8 auf 0,7% vermindert wird [Wei03].

¹¹0,5 bis 2° sind übliche Steigungen

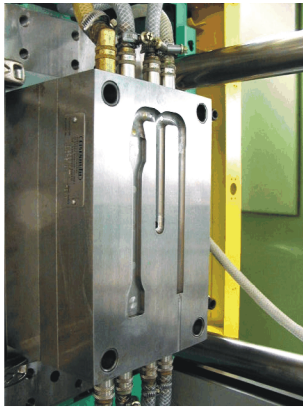
4.2.3 Die verwendete Maschinenteknik

Die bei dieser Arbeit verwendete vollhydraulische Spritzgießmaschine (Arburg Allrounder 320C 250, Arburg Spritzgießmaschinen, Loßburg, Deutschland) mit verschleißfester Plastifiziereinheit und einer Schließkraft von maximal 600 kN erwies sich als geeignet, ultrahoch gefüllte thermoplastische Compounds zu verarbeiten. Die Plastifiziereinheit weist neben der abrasionsbeständigen Panzerung die Geometrie einer Standard-Spritzgießschnecke auf, welche in Verarbeitungsstudien für zahlreiche Materialien verwendet wurde. Neben dem in dieser Arbeit vorgestellten FeSi-PP wurden Untersuchungen mit einem Magnetit-Polypropylen-Compound durchgeführt [Wen02], wobei die aus diesen Vorarbeiten gewonnenen Erkenntnisse auf das FeSi-PP übertragen werden konnten. Hochgefüllte Polyolefine, thermoplastische Elastomere auf Polyolefinbasis, glasfasergefüllte Polyamide, Polyphenylensulfid (PPS) und Flüssigkristallpolymere (LCP) wurden mit Füllstoffen wie Bariumsulfat, Talkum, Kupferpartikeln, Edelstahlfasern, Glasfasern, Kreide und bestimmten nanoskaligen Füllstoffen verarbeitet. Die Darstellung aller Erkenntnisse aus den Vorarbeiten würde den Rahmen dieser Arbeit übersteigen, jedoch wurden die wichtigsten Erkenntnisse übernommen.

4.2.4 Die verwendeten Spritzgießwerkzeuge

Die Auswahl der Geometrien der produzierten Bauteile aus dem ultrahoch gefüllten FeSi-PP hatte zum Ziel, neben den magnetischen und mechanischen auch die fließtechnischen Eigenschaften zu erarbeiten. Neben der Herstellung von zylindrischen Rundstäben mit dem Durchmesser 10 mm und einer Länge von 130 mm wurde ein Werkzeug zur Herstellung von Kreisringen mit einer Wandstärke von 12 mm und einem Außendurchmesser von 70 mm verwendet. Solch große Wandstärken verlangen eine angepasste Prozessführung beim Spritzgießen; für die meisten ungefüllten, teilkristallinen Thermoplaste stellen sie eine sehr problematische Materialanhäufung dar. Diese macht sich zumeist durch die Bildung von Vakuolen und Einfallstellen (siehe Kapitel 4.2.5) bemerkbar und sollte konstruktiv vermieden werden. Für die magnetischen Charakterisierung, die in Kapitel 5.1 beschrieben wird, waren sie jedoch unumgänglich.

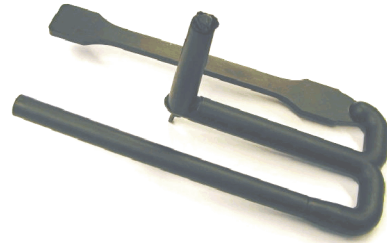
Die verwendeten Werkzeuge konnten konstruktiv sehr einfach ausgeführt werden, da keine besonderen geometrischen Anforderungen gestellt waren. Neben der Ausformung der Rundstäbe wurden im gleichen Werkzeug Schulterstäbe für eine mechanische Charakterisierung nach ISO 512 gespritzt. Hieraus konnten neben der magnetischen Charakterisierung auch die mechanische abgeleitet werden. Bei Rundstab sowie Kreisring musste keinerlei Entformungsschräge beachtet werden, da beide Werkzeughälften einen Halbkreis darstellten, dessen Entformung keine Hinterschneidungen aufweist. Der Schulterstab wies eine Entformungsschräge von 2° auf, konnte jedoch nicht immer problemlos entformt werden. Die verwendeten Spritzgießwerkzeuge für die magnetischen Charakterisierungen sind in den Abbildungen 4.23 und 4.24 dargestellt.



Auswerferseite



Düsenseite



Schulterstab /
Rundstab

Abbildung 4.23: Spritzgießwerkzeug und Bauteil mit Angussgeometrie für den Schulter- und den Rundstab



Abbildung 4.24: Spritzgießwerkzeug und Kreisringe

Neben den dickwandigen Bauteilen, welche durch die beschriebenen Probleme mit Materialanhäufungen eine angepasste Verarbeitung erfordern, war es wichtig, auch beispielhafte dünnwandige Bauteile durch das ultrahoch gefüllte Compound spritzgießtechnisch zu charakterisieren. Hierfür wurde ein Beispielbauteil ohne eine bestimmte Funktionalität ausgewählt, welches eine Wandstärke von 1 mm und zusätzlich ein Filmscharnier¹² mit einer minimalen Wandstärke von $300\text{ }\mu\text{m} \pm 25\text{ }\mu\text{m}$ aufweist. Abbildung 4.25 zeigt das für die Verarbeitung von dünnwandigen Bauteilen ausgewählte Spritzgießwerkzeug.

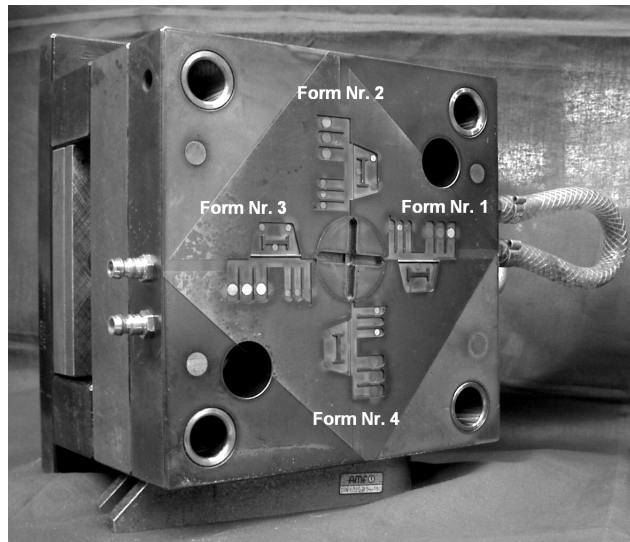


Abbildung 4.25: Spritzgießwerkzeug zur Herstellung von dünnwandigen Spritzgießteilen

Nach der Herstellung der relativ einfachen Geometrien zur magnetischen und verarbeitungstechnischen Charakterisierung wurde die Möglichkeit zur freien Formgebung eines weichmagnetischen Materials in einem Verbundprojekt durch ein funktionales Bauteil nachgewiesen [Sar04a]. Als Beispielbauteil wurde der Läufer eines Elektrokleinmotors gewählt. Ohne auf die in Kapitel 5.1 dargestellte Theorie vorgreifen zu wollen, unterliegt das Ankerpaket des Läufers bestimmten konstruktiven Randbedingungen. Es wird aus einem Paket von gestanzten Blechen aufgebaut, welche durch mechanische Verklammerung oder adhäsive Bindung gehalten werden. Abbildung 4.26 zeigt einen konventionellen Anker mit Erregerwicklung, Welle und Kommutator.

Durch die Verbindung von Blechen ist eine Formgebung deutlich eingeschränkt. Eine gute Magnetfeldleitung in der Geometrie eines Ankerpaketes würde jedoch Rundungen und die Wicklungen überlappende Zahnhälse erfordern. Eine solche Formgebung ist

¹²Filmscharniere werden bei kunststofftechnischen Anwendungen konstruktiv eingesetzt, wenn eine Bewegungs- oder Schließfunktion gewünscht wird. Mit Filmscharnieren lassen sich relativ einfach z.B. mehrfach verwendbare Lebensmittelverpackungen spritzgießen, wenn ein Kunststoff verwendet wird, der eine hohe Zähigkeit aufweist. PP und PE eignen sich gut für diese Anwendungen, die z.B. bei vielen Metallen wegen einer möglichen Altersbestimmung und nachfolgendem Spröbruch nicht möglich wäre.



Abbildung 4.26: Anker mit Wicklung, Welle und Kommutator eines herkömmlichen Elektrokleinmotors [Sar04a]

durch die Verwendung des spritzgießfähigen, weichmagnetischen Compounds möglich. Eine optimierte Geometrie wurde im Zuge des Verbundprojektes erarbeitet und in der Konstruktion eines Spritzgießwerkzeugs umgesetzt. Abbildung 4.27 zeigt die Geometrie des für die Spritzgießfertigung optimierten Ankerpaketes.

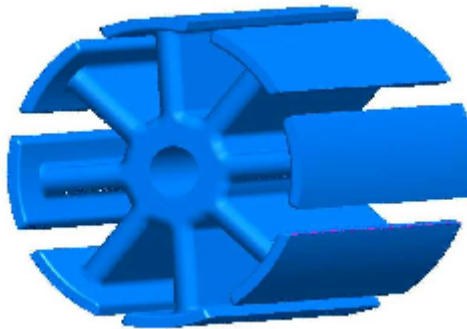


Abbildung 4.27: Konstruktionsmodell des für die Spritzgießfertigung optimierten Ankerpaketes [Sar04a]

Die Spritzgießfertigung der Ankerpakete mit Einlegeteil erwies sich als grundsätzlich durchführbar. Damit wurde belegt, dass trotz der gezeigten relativ komplexen Geometrie die Urformung eines solchen Bauteils aber auch seine fehlerfreie Entformung ohne die Einarbeitung von Entformungsschrägen möglich ist.

4.2.5 Besonderheiten beim Spritzgießen von FeSi-PP

Die prozesstechnischen Besonderheiten hochgefüllter Compounds bezüglich ihres allgemeinen Verarbeitungs- und Schwindungsverhaltens, der Entformung und der Nachschwindung sind vielfältig. Die abnehmende Verarbeitungs- und Nachschwindung ist, so drückt es Kulicke in [Kul86] sehr treffend aus, die Folge der Substitution des viskoelas-

tischen schmelzeförmigen Polymers durch den unverformbaren anorganischen Füllstoff. Dies wirkt sich sowohl auf die Prozessparameter beim Einspritzen wie auch beim Entformen aus. Xing beschreibt in [Xin96] die Drücke, die für die Spritzgießverarbeitung von nichtmetallisch-anorganisch gefüllten Thermoplasten nötig sind, verweist jedoch leider nicht auf die verwendeten Einspritzgeschwindigkeiten, die vom Einspritzdruck beim Spritzgießen nicht getrennt werden können. Die Angabe des Druckes ohne die Einspritzgeschwindigkeit sagt nur wenig aus.

Im Vergleich zum ungefüllten in Abbildung 4.22 stellt sich das druckabhängige Schwindungsverhalten eines gefüllten teilkristallinen Thermoplasten, wie in Abbildung 4.28 qualitativ gezeigt, dar.

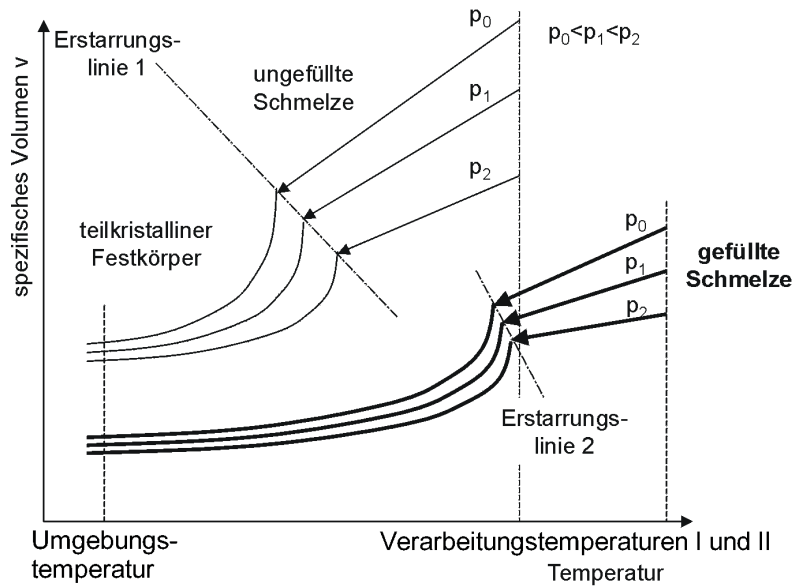


Abbildung 4.28: p-v-T-Diagramm eines gefüllten teilkristallinen Thermoplasten im Vergleich zu einem ungefüllten

Während das spezifische Volumen des gefüllten Thermoplasten prinzipiell niedriger im Vergleich zum ungefüllten, also seine Dichte höher ist, hat der von außen wirkende Druck durch die unverformbaren Füllstoffe eine relativ niedrige Auswirkung: die Kurven liegen näher zusammen. Durch die Füllstoffe bedingt sich außerdem eine Verschiebung der Erstarrungslinie zu höheren Temperaturen als beim ungefüllten. Dies ist auf die an den Füllstoffen stattfindende sogenannte thermische Keimbildung zurückzuführen. Die Kristallite des teilkristallinen Thermoplasten nutzen die Füllstoffpartikel als Kristallisationskeime. Neben der damit verbundenen schnellen Erstarrung des Materials kommt eine drastisch erhöhte Wärmeleitfähigkeit durch die gut wärmeleitenden metallischen Füllstoffe hinzu. Über die herrschenden Modellgesetze, welche die Kopplung zwischen Matrix und Füllstoff in Bezug auf die Wärmeleitfähigkeit darstellen, ist in [Wen02] berichtet worden. Abbildung 4.29 stellt die Temperaturkurven dar, die bei der Verarbeitung

unterschiedlich gefüllter Thermoplastcompounds gemessen wurden. Die Bezeichnung „M 150“ kennzeichnet in der Abbildung die Verwendung eines mit Magnetit M150 gefüllten Thermoplasten. Der Füllstoff weist eine unregelmäßige, gebrochene Form auf und seine Partikelgrößenverteilung hat eine mittlere Korngröße von $150\text{ }\mu\text{m}$.

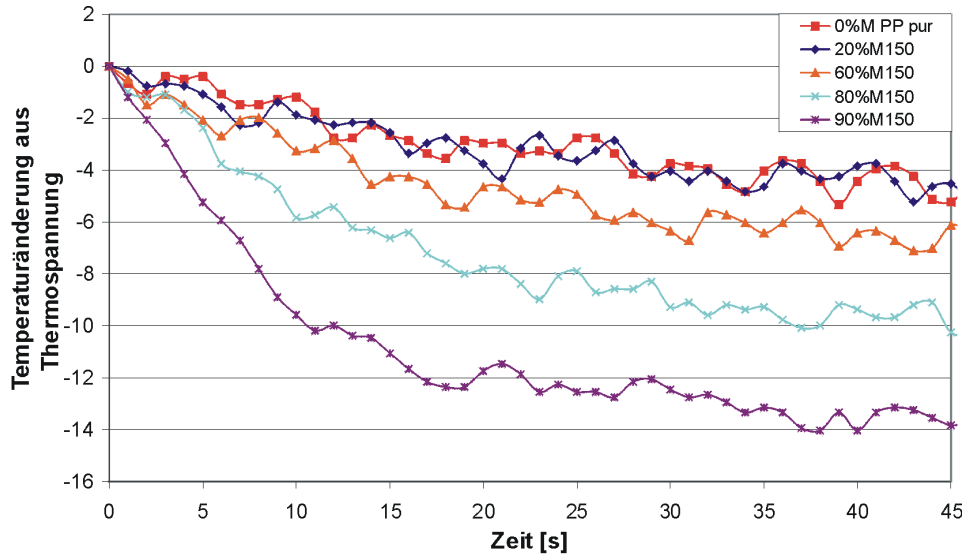


Abbildung 4.29: Vergleichende Darstellung der el. Spannungen eines Thermoelementes im Spritzgießwerkzeug bei gefüllten Magnetit-PP-Compounds.

Der Vergleich der abnehmenden Temperatur, dargestellt durch die Änderung der Thermospannung, zeigt eine raschere Abkühlung der Schmelze im Spritzgießwerkzeug mit steigendem Füllgrad.

Zwei materialspezifische Größen sind hierfür verantwortlich: die mit zunehmendem Füllgrad zunehmende Wärmeleitfähigkeit und die damit abnehmende Wärmekapazität. Beide Effekte sorgen beim Spritzgießen für eine schnellere Erstarrung und für eine Verkürzung des Schmelzefließweges [Xin96].

Trotz des hohen Füllstoffanteils im teilkristallin erstarrenden Polypropylen setzt sich eine materialspezifische Eigenschaft beim Erstarren durch: die Volumenschwindung. Wie in Abbildung 4.28 gezeigt, ist sie zwar quantitativ geringer als die eines ungefüllten Thermoplasten, jedoch ergeben sich gerade bei den dickwandigen Bauteilen Verarbeitungsprobleme hinsichtlich Schwindungsvakuolen. Abbildung 4.30 verdeutlicht und beschreibt die Entstehung von Vakuolen im Inneren eines dickwandigen Bauteils¹³.

¹³Neben der empirischen Ermittlung der Vakuolenentstehung wurden von Wang [Wan99] zahlreiche computergestützte Verfahren verwendet, um die Auswirkungen von Nachdruckzeit und -höhe für ein optimales Bauteil zu berechnen.

4 Compoundierextrusion und Spritzguss

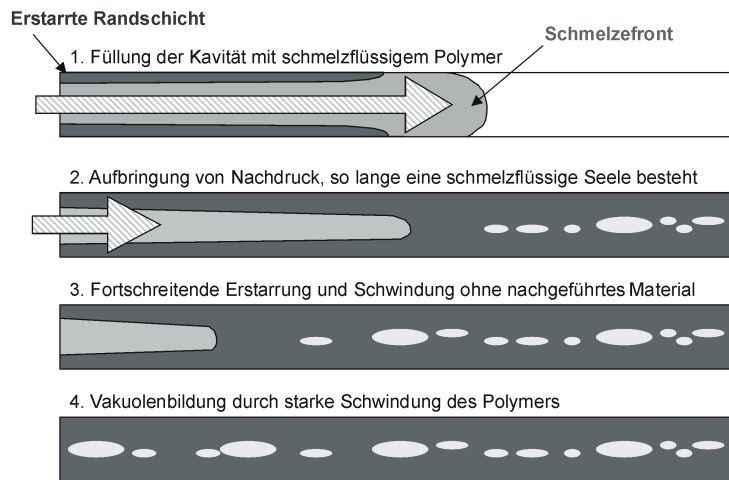


Abbildung 4.30: Entstehung von Schwindungsvakuolen in einem dickwandigen Spritzgießteil

Vakuolen werden in dickwandigen Bauteilen fast immer zu Problemen führen. Gerade bei der Anwendung in einem elektromagnetischen Feld treten, wie der Name schon sagt, ein elektrisches Feld immer gleichzeitig zu einem magnetischen Feld auf. Durch die Unterschiede der Dielektrizitätskonstanten von (gefülltem) Thermoplast und Vakuole tritt eine Überhöhung des elektrischen Feldes in dieser auf. Je nach Grad der Feldüberhöhung kommt es dann zu elektrischen Teilentladungen innerhalb des Bauteils. Schädigungen der Kunststoffstruktur sind die Folge. Aus diesem Grund ist es wichtig, quasi vakuolenfreie Bauteile herzustellen. Die für diese Anforderung wichtigen Spritzgieß-Prozessparameter sind der Erfahrung nach die Einspritzgeschwindigkeit und die Verarbeitungstemperatur. In Abbildung 4.31 ist diese einfache und nur zweidimensionale Verknüpfung in punkto Vakuolenbildung anhand der Füllung eines PP mit Magnetit (MagniF10) dargestellt.

Bei Füllungen von 40 Gew.% gibt es unterhalb von 3 ccm/s Einspritzgeschwindigkeit und unterhalb von 170°C einen Bereich, in welchem die Schmelze nicht mehr fließt. Die niedrige Scherrate und Temperatur bedingen eine sehr hohe Viskosität. In einem darüber liegenden kleinen Bereich bis 5 ccm/s Einspritzgeschwindigkeit und Temperaturen bis 180°C ist es grundsätzlich möglich, die Vakuolen in einem Rundstab von 10 mm Durchmesser sehr klein zu halten. Werden jedoch Temperatur und Geschwindigkeit erhöht, bilden sich im Bauteil großvolumige Vakuolen.

Ein zu 60 Gew.% gefüllter Thermoplast reagiert aufgrund der erwähnten Substitution des Kunststoffes durch den Füllstoff in Bezug auf die Vakuolenbildung etwas gutmütiger: der Bereich, in welchem eine Fertigung mit höchstens kleinen Vakuolen möglich ist, dehnt sich auf bis zu 20 ccm/s Einspritzen bei Temperaturen von bis zu 240°C aus.

Die Erhöhung des Füllgrades auf schließlich 80 Gew.% erhöht zwar den Bereich, in dem durch die hohe Viskosität kein Fließen möglich ist, jedoch kann ab ca. 15 ccm/s Ein-

spritzgeschwindigkeit und oberhalb von 240°C eine Vakuolenbildung fast ausgeschlossen werden.

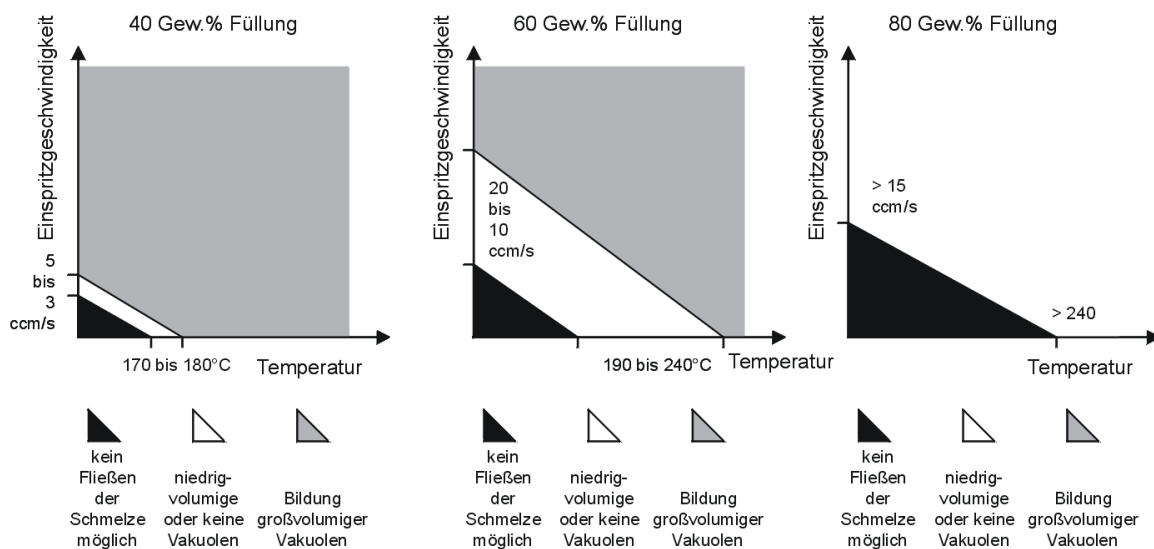


Abbildung 4.31: Die Abhängigkeit der Vakuolenentstehung von Einspritzgeschwindigkeit und Temperatur

Durch die rasche Abkühlung des hochgefüllten FeSi-PP an den Werkzeugflächen und den vorliegenden Füllstoffkontakt in der thermoplastischen Matrix wurde eine Besonderheit bezüglich der Nachschwindung festgestellt: sie wird verschwindend gering bei einem Füllgrad von rund 70 Vol.% Eisensilizium, wobei die Messwerte durch einen Vergleich der Kavitätsgeometrie mit der Bauteilgeometrie nach 24 Stunden Lagerung ermittelt wurden. Die Abweichung der Messungen betragen $\pm 0,01$ mm.

4.2.6 Prozessparameter des Spritzgießens

Die in Kapitel 4.2.2 dargestellten Prozessgrößen haben unterschiedliche Einflüsse auf die Entstehung des Formteils. Diese können mittels einer Prozessanalyse dahingehend bewertet werden, wie groß der Einfluss auf welchen Qualitätsparameter ist [Bos00]. Als relevante und aussagekräftige Prozessgrößen für FeSi-PP haben sich die Schmelztemperatur, die Werkzeugtemperatur, der maximale Einspritzdruck sowie die Nachdruckhöhe und -zeit herausgestellt. Sie sind in Tabelle 4.2 mit ihren Werten für die jeweiligen Bauteile aufgelistet.

4.2.7 Reale thermisch bedingte Prozesse beim Spritzgießen

Über das Fließverhalten von hochgefüllten Thermoplasten unter praktischen Spritzgießbedingungen sind bisher nur wenige Ergebnisse bekannt [Xin96, Pla70]. Zur Be-

Tabelle 4.2: Die Prozessparameter des Spritzgießens von FeSi-PP

| Prozessparameter | Einflüsse auf die Verarbeitung von FeSi-PP |
|--------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Schmelzetemperatur | Für dickwandige Bauteile 200°C, um die verbliebene Neigung zur Vakuolenbildung zu minimieren; für dünnwandige Bauteile 240°C |
| Werkzeugtemperatur | Wegen des Matrixpolymers PP durchgängig 20°C |
| Einspritzgeschwindigkeit | Für dickwandige Bauteile bis zu 2 cm ³ /s; hierbei wurde eine reduzierte Oberflächengüte wegen einer geringen Geschwindigkeit in Kauf genommen, um die Vakuolenbildung möglichst auszuschließen. Für dünnwandige Bauteile sind Geschwindigkeiten von 25 cm ³ /s ± 5 cm ³ /s möglich, beim geometrisch komplexen Ankerpaket bis zu 40 cm ³ /s. |
| Maximaler Einspritzdruck | Für dickwandige Bauteile bei geringen Einspritzgeschwindigkeiten und niedrigen Schmelzetemperaturen bis zu 1500 bar ± 100 bar. Für dünnwandige Bauteile bei 240°C Schmelzetemperatur bis zu 800 bar ± 100 bar. Für die geometrisch komplexen Ankerpakete bis zu 1200 bar. |
| Nachdruckhöhe | Als mittlerer Wert wurde 2/3 des maximalen Einspritzdruckes gewählt. |
| Nachdruckzeit | Für dickwandige Bauteile zwischen 10 und 12 mm Wandstärke: 6 bis 8 s. Für dünnwandige Bauteile bis 1 mm Wandstärke wurden ≤ 0,5 s gewählt. |

schreibung des realen Fließverhaltens einer gefüllten Schmelze im Spritzgießwerkzeug ist es durch eine Simulation kaum möglich, die komplexen Zusammenhänge aus erhöhter Wärme- und Temperaturleitfähigkeit der eigentlich niedrig wärmeleitfähigen Kunststoffe, erhöhter schergeschwindigkeitsabhängiger Viskosität des Compounds und einer Schergeschwindigkeitsverminderung durch Wandgleiten der Schmelze zu erfassen. Empirisch können die Fließwege einer Schmelze in einem geeigneten spiralförmigen Spritzgießwerkzeug gemessen werden. Abbildung 4.32 zeigt das Beispiel eines solchen Werkzeuges. Unter vorher bestimmten Spritzgießparametern kann der z.B. der durch die Einspritzgeschwindigkeit und die materialspezifische Wärme- und Temperaturleitfähigkeit bestimmte, absolute Fließweg sehr einfach gemessen werden. Den Begriffen Wärme- und Temperaturleitfähigkeit muss an dieser Stelle zunächst eine erhöhte Aufmerksamkeit geschenkt werden.



Abbildung 4.32: Darstellung eines Spiralwerkzeugs für die empirische Bestimmung des Fließweges beim Spritzgießen [Wii04]

Wärme- und Temperaturleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit eines Materials λ in $\frac{W}{mK}$ hängt mit der Temperaturleitfähigkeit a über die Beziehung

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c} \quad (4.1)$$

zusammen, wobei ρ die Materialdichte und c die spezifische Wärmekapazität in $\frac{kJ}{kgK}$ darstellt. Eine spezielle Wärmeübergangsfähigkeit, welche die Erstarrung einer umgebenden Schmelze mit berücksichtigt, konnte bisher nicht gefunden werden. Für die Beeinflussung der Wärmeleitfähigkeit durch Füllstoffe könnte eine Betrachtung nach dem Serien- oder Parallelmodell erfolgen, wie sie bereits für die mechanischen Kennwerte in [BW04] angewendet wurde.

Für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit bei niedrigen Füllstoffkonzentrationen, bei denen sich die Partikel überwiegend nicht berühren, hat sich das Modell von Maxwell und Eucken [Sof01] bewährt. Die Wärmeleitfähigkeit eines Compounds aus zwei unterschiedlichen Materialien wird demnach berechnet durch

$$\lambda_c = \lambda_p \cdot \frac{\lambda_m + 2\lambda_p + 2\xi(\lambda_m - \lambda_p)}{\lambda_m + 2\lambda_p - \xi(\lambda_m - \lambda_p)}. \quad (4.2)$$

Hierbei ist ξ der volumetrische Füllgrad an Partikeln, λ_c die Wärmeleitfähigkeit des Compounds, λ_p die Wärmeleitfähigkeit des Polymers und λ_m die Wärmeleitfähigkeit des metallischen Füllstoffes.

Bei hohen Füllstoffkonzentrationen muss der Tatsache Rechnung getragen werden, dass sich die Füllstoffpartikel im Compound berühren und damit thermisch leitfähige Brücken ausbilden. Unter der Annahme, dass $\lambda_m > \lambda_p$ ist, postulierten Cheng und Vachon [Sof01], dass sich die reziproke Wärmeleitfähigkeit wie folgt darstellt:

$$\frac{1}{\lambda_c} = \frac{1}{\sqrt{C(\lambda_p - \lambda_m)(\lambda_p + B(\lambda_m - \lambda_p))}}.$$

$$\ln \frac{\sqrt{\lambda_p + B(\lambda_m - \lambda_p)} + \frac{B}{2} \sqrt{C(\lambda_p - \lambda_m)}}{\sqrt{\lambda_p + B(\lambda_m - \lambda_p)} - \frac{B}{2} \sqrt{C(\lambda_p - \lambda_m)}} + \frac{1 - B}{\lambda_p} \quad (4.3)$$

mit

$$B = \sqrt{\frac{3\xi}{2}}$$

und

$$C = -4\sqrt{\frac{2}{3\xi}}.$$

Dieser Zusammenhang kann noch erweitert werden, wenn Füllstoffe vorliegen, die nicht-sphärische Partikelform aufweisen. Jedoch soll hierbei auf die Abhandlung von Sofian verwiesen werden [Sof01].

Die im Zusammenhang mit hochgefüllten Compounds in dieser Arbeit erstmalig erarbeitete [Wii04] und beschriebene „Methode des Materialwechsels“ hat sich als eine gute Möglichkeit erwiesen, den realen Spritzgießprozess des ungefüllten Polymers mit dem des gefüllten in allen seinen Auswirkungen und Parametern zu vergleichen. Bei dieser Methode werden alle Parameter der qualitativ hochwertigen und fehlerfreien Spritzgießproduktion eines zunächst ungefüllten Thermoplasten in einem festgelegten Werkzeug bestimmt und konstant gehalten. Die Versuchsdurchführung geschieht danach durch das schrittweise Ersetzen des ungefüllten Materials durch das gefüllte, indem das Materialdepot mit gefülltem Thermoplasten beschickt wird. Durch die im Vergleich zu einem Compounder zwar geringe, aber dennoch vorhandene Mischfunktion der Plastifizierschnecke ergibt sich ein gleitender Übergang der Materialien. Voraussetzung ist hierbei, das gleiche Basispolymer zu verwenden. Bei jedem Bauteil erhöht sich der Füllgrad um einen bestimmten Anteil, und die Ausformung des Bauteils erfährt eine rein durch den Füllgrad bedingte Veränderung.

Diese Methode lässt zwei Auswertungen zu: Zum einen kann durch die verwendete geringe Wandstärke des Bauteils und die mögliche Transluzenz (Lichtdurchlässigkeit) bei einsetzender Füllung der Fließwege der Schmelze und der eingeschleppten Partikel sehr genau beschrieben werden (siehe Abbildung 4.33). Dargestellt ist das dünnwandige

Bauteil, welches im folgenden als „Rechen“ bezeichnet werden soll¹⁴. Zum anderen ist die Auswertung von Füllgrad zu Fließweg durch entsprechende Messungen realisierbar. Abbildung 4.34 stellt anhand der spritzgegossenen Bauteile dar, wie sich die bei jedem Bauteil erhöhte Füllstoffkonzentration auf die Füllung des Bauteils auswirkt. Im Bild zu erkennen ist, dass die zu unterst liegenden Bauteile noch keinerlei (das Formteil schwarz einfärbenden) Füllstoff aufweisen. Die weiter oben liegenden nehmen bezüglich der Formfüllung immer weiter ab.

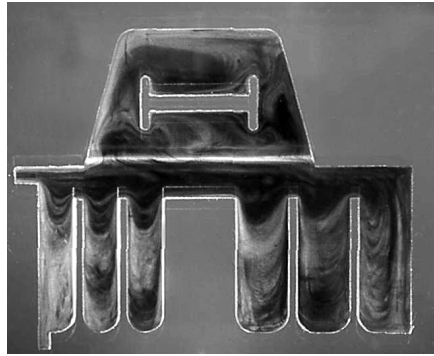


Abbildung 4.33: Fließwege im dünnwandigen Spritzgießbauteil Rechen

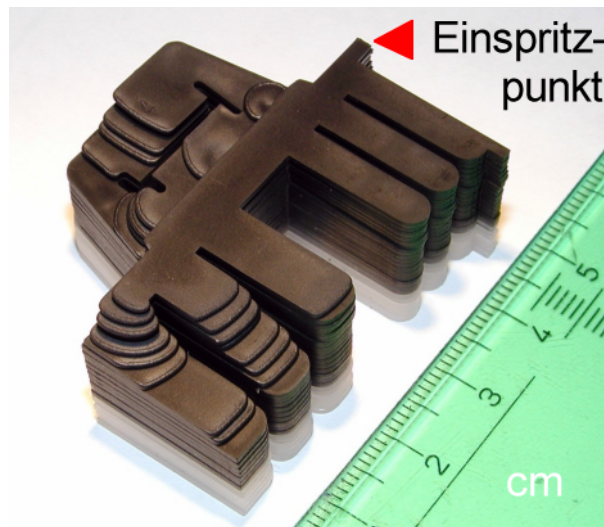


Abbildung 4.34: Zunehmender Füllgrad der bei gleichen Produktionsparametern spritzgegossener Bauteile

Empirisch wurden auf diese Weise die Fließwegänderungen dünnwandiger Bauteile aus unterschiedlich gefülltem Polypropylen bestimmt [Wii04]. Für Magnetit mit zwei unter-

¹⁴Es handelt sich beim Bauteil „Rechen“ um ein technisches Funktionsteil, dessen genaue Form für die Methode des Materialwechsels prinzipiell nicht relevant ist. Lediglich seine geringe Wandstärke, das Filmscharnier und die Tatsache, dass es keine triviale Geometrie besitzt, sind ausschlaggebend.

schiedlichen mittleren Korngrößen (Material MEC aus einer Absiebung unterhalb 200 μm und Material KFS unter 100 μm , wobei die Partikel eine unregelmäßige Form aufweisen und lediglich die Auswirkungen der Partikelgröße betrachtet wird - daher liegt keine definierte Korngrößenverteilung vor), Bariumsulfat (BaSO_4 , ebenfalls in Kornform und -größe undefiniert), Kurzglasfasern (E-Glas-Fasern, deren mittlere Länge zwischen 140 und 210 μm liegt) und das bereits in Abschnitt 2.1.2 ausführlich definierte Eisensilizium zeigen sich die in Abbildung 4.35 dargestellten Korrelationen am Beispielbauteil aus Abbildung 4.25.

Neben den erwähnten Materialien wurde ein mit Talkum hochgefülltes PP untersucht, jedoch in diese Betrachtung nicht aufgenommen, da es sich auch im hochgefüllten Bereich ohne Abnahme des relativen Fließweges verarbeiten ließ. Damit stellt Talkum in dieser Hinsicht das geeignetste Füllmaterial dar, kann jedoch durch seine Eigenschaften nicht alle gewünschten (wie z.B. magnetische Funktionalisierung) Effekte erfüllen.

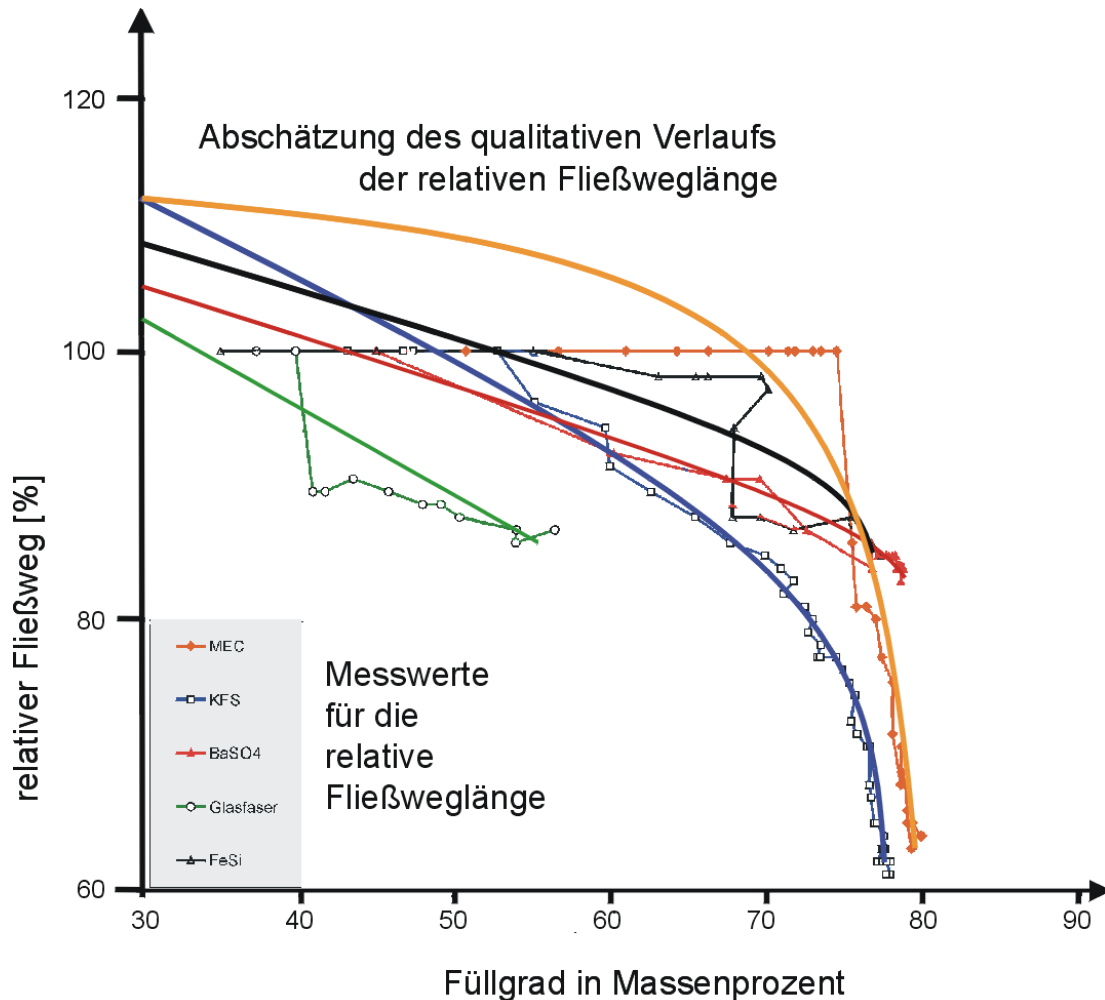


Abbildung 4.35: Abhängigkeit der Fließweglänge dünnwandiger Bauteile vom Füllgrad

In Abbildung 4.35 ist die relative Fließweglänge, also der tatsächlich gemessene Fließweg bezogen auf den maximalen Fließweg im Bauteil, dargestellt über den gewichtsbezogenen Füllgrad der verwendeten Compounds. Für die fünf Compounds zeigen sich unterschiedliche gemessene Verläufe, dargestellt mit ihren Messpunkten. Außerdem werden die mathematisch erzeugten Ausgleichsgeraden dargestellt. Werte über 100% bedeuten in dieser Darstellung den theoretisch erreichbaren Fließweg bei den eingestellten Prozessparametern. In der folgenden Auflistung werden die Abhängigkeiten und die daraus zu ziehenden Schlussfolgerungen für den Spritzgießprozess bei hochgefülltem Polypropylen näher beschrieben.

- Bereits ab einer Kurzglasfaserfüllung (Faserlängen zwischen 20 und 100 μm) von 40 Gew.% zeigt sich beim Spritzgießen eines dünnwandigen Bauteils eine sprunghafte Abnahme des Fließweges um 10%. Bei einer weiteren Erhöhung des Glasfaseranteils nimmt der Fließweg dann eher moderat ab und erreicht bei einer maximalen Füllung von rund 60 Gew.% noch etwa 3/4 der Gesamtfließweglänge. Nach Abschätzung des qualitativen Verlaufs dürfte der relative Fließweg bei 30 Gew.% Füllung bei nur knapp über 100% liegen. Die Anpassung des Spritzgießprozesses wird wegen des erreichten, hohen relativen Fließweges, für Drücke und Geschwindigkeiten des Einspritzens durchaus in üblichen Bereichen liegen. Glasfaserfüllungen über 60 Gew.% sind in der Praxis eher unüblich, da sie zwar eine sehr starke Anhebung des E-Moduls bewirken, aber den Werkstoff auch stark verspröden lassen [Dom92].
- Bariumsulfat wirkt sich ab einem Füllgehalt von 47,5 Gew.% auf den erreichbaren Fließweg aus und zeigt bis zu einer Füllung von 80 Gew.% eine stetige, nahezu lineare Abnahme des Fließweges auf rund 85% der erreichbaren Länge. Dieser Füllstoff kann also trotz des relativ hohen Füllgrades im Vergleich zur Glasfaser relativ unproblematisch verarbeitet werden. Spritzgießformteile mit hohen Füllgraden, z.B. zur Erhöhung des optischen Weißanteils oder der Dichte, können recht einfach verarbeitet werden. Eine Abschätzung des relativen Fließweges bei 30 Gew.% ergibt ebenfalls knapp über 100%.
- Die Magnetit-Mahlfraktion *KFS* bewirkt ab ca. 55 Gew.% Füllgrad eine erhebliche Abnahme des erreichbaren Fließweges der Schmelze, welcher kurz unterhalb von 80 Gew.% nur noch bei rund 60% liegt. Die grobkörnigere Fraktion *MEC* zeigt in dieser Beziehung ein ähnliches Verhalten, jedoch ist die Abnahme des Fließweges ab ca. 75 Gew.% als schlagartig zu bezeichnen und liegt bei rund 80 Gew.% Füllung ebenfalls nur noch bei 60% des erreichbaren Fließweges. Für den Spritzgießprozess bedeutet dies eine erhebliche Anpassung in Einspritzgeschwindigkeits- und Druckhöhe. Möglicherweise ist diese für lange Fließwege und dünnwandige Bauteile nicht immer erreichbar. Die Abschätzung ergibt, dass ein zu 30 Gew.% mit *KFS* gefülltes Bauteil etwa 110% des untersuchten relativen Fließweges erreichen könnte.
- Eisensilizium liegt bei der Bewertung des gewichtsbezogenen Füllgrades zwischen den beiden Magnetitfraktionen und trifft bei der maximalen Füllung von 80 Gew.%

auf den relativen Fließweg von Bariumsulfat mit etwas über 80%. Bei diesem Material liegen die meisten Erfahrungen im Spritzguss vor - und es erweist sich auch bei dieser Untersuchung als ausgesprochen gut geeignet, auch in dünnwandigen Spritzgießbauteilen. Niedrigere Füllgrade erlauben schätzungsweise eine relative Fließweglänge von knapp über 105%.

Die Betrachtung und Interpretation der massenbezogenen Füllgrade ist, und das liegt in der Natur der unterschiedlichen Dichten von Verbundwerkstoffen, nur ein Gesichtspunkt. Sicherlich ist die Angabe eines Füllstoffgehaltes in Massenprozent üblich und leitet sich vom Herstellungsverfahren der Compoundierung ab, in welchem grundsätzlich massenbezogene Verbunde hergestellt werden, jedoch ändert sich das gezeigte Bild, wenn die Dichten der Füllstoffe eingefügt werden. Tabelle 4.3 zeigt die genannten Werte unter Berücksichtigung der Füllstoffdichten¹⁵.

Tabelle 4.3: Umrechnungen der Massen- auf Volumenprocente für Abbildung 4.35

| Füllstoff | Dichte in $\frac{g}{cm^3}$ | Massen- füllgrad (Gew.%) | Volumen- füllgrad (Vol.%) |
|------------------|--------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Glasfaser | 2,6 | 40, Beginn der Beeinflussung 60, maximaler Füllgrad | 18 34 |
| Bariumsulfat | 4,48 | 55, Beginn der Beeinflussung 80, maximaler Füllgrad | 12 44 |
| Magnetit | 5,2 | 55, Beginn der Beeinflussung 75, maximaler Füllgrad | 17 34 |
| Eisensilizium | 7,85 | 55, Beginn der Beeinflussung 80, maximaler Füllgrad | 12 31 |

Da für die Fließfähigkeit der Volumenfüllgrad ausschlaggebend ist, weil er den relevanten Anteil der Füllstoffpartikel in der Schmelze darstellt, kann aus Abbildung 4.35 lediglich der qualitative Verlauf der relativen Fließwegabnahme gelesen werden. Der Beginn des Füllstoffeinflusses auf diesen liegt mit 12 bis 18 Vol.% relativ dicht zusammen, und die erreichbaren maximalen Füllgrade liegen mit 31 bis 44 Vol.% ebenfalls dichter zusammen, als es der Unterschied zwischen dem Massenfüllgrad an Glasfasern und Magnetit vermuten lässt. Trotz gleicher Dichte zeigt sich jedoch ein deutlicher Unterschied zwischen den beiden Mahlfraktionen des Magnetits, wobei die grobkörnigere höhere Füllgrade bei 100% relativer Fließweglänge zulässt. Diese Beobachtung scheint der in Kapitel 2.1.1 dargestellten Theorie zu widersprechen, jedoch könnte dies durchaus mit der Partikelgrößenverteilung des Materials erklärt werden, wenn sie neben den maximal vorliegenden Durchmessern eine Verschiebung zu vielen kleinen Partikeln zeigt.

¹⁵Dichte-Werte für Bariumsulfat und Magnetit nach [Ste84]

Hierzu sind jedoch weitere Untersuchungen nötig, welche neben den in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen auch die Einflüsse der Oberfläche, ihrer Beschaffenheit, der physikalisch-chemischen Wechselwirkungen und der speziellen Materialeigenschaften betrachten.

Die verarbeitungstechnischen Untersuchungen haben jene Parameter ergeben, bei denen hochgefüllte Thermoplastcompounds wie FeSi-PP compoundiert und zu einem Bauteil geformt werden können. Durch die Darstellung der Parameter in diesem Kapitel sollte der Anwender in der Lage sein, weichmagnetisch hochgefülltes thermoplastisches Compound herzustellen und durch Spritzgießen zu verarbeiten. Welche magnetische Leistungsfähigkeit von einem solchen Material dann zu erwarten ist, wird im folgenden Kapitel über die magnetischen Eigenschaften aufgezeigt.

5 Magnetische Eigenschaften

5.1 Relevante Grundlagen

Zum Verständnis der in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen zum magnetischen Verhalten von hochgefüllten Compounds erscheint es notwendig, einige Grundlagen des Magnetismus näher zu beleuchten. Diese Grundlagen werden sich auf themenspezifische Bereiche beschränken und erheben nicht den Anspruch, eine vollständige Beschreibung aller magnetischen Effekte zu liefern.

Auch wenn die Betrachtung der magnetischen Eigenschaften von hochgefüllten Thermoplastcompounds in der Anwendung stark pragmatisch erfolgen wird, muss die Funktionsbetrachtung mit dem Spin des Elektrons beginnen [Boz68, N.N03a, Hak00].

Elektronenspin

Da sich ein Elektron wie eine Kugel verhält, die um ihre Achse rotiert, weist es ein magnetisches Dipolmoment auf. Diese Eigenschaft wird als *Spin* bezeichnet¹. Dieser Spin, schematisch dargestellt in Abbildung 5.1, kann in einem äußeren Magnetfeld nur zwei Werte annehmen: entweder in Feldrichtung oder entgegen dieser.

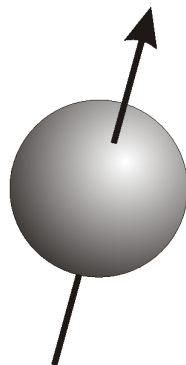


Abbildung 5.1: Schema des Elektronenspins

¹Der Vollständigkeit halber sei an dieser Stelle erwähnt: Zur Erklärung spektroskopischer Beobachtungen wurde der Elektronenspin 1925 von Uhlenbeck und Goudsmit in die Atomphysik eingeführt. Es gilt hierbei, dass die Masse $m_0 = 9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$, die Ladung $-e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$, der Spin $|\vec{S}| = \sqrt{s \cdot (s + 1)} \cdot \hbar$ mit $\hbar = \text{Planck'sche Konstante}/2\pi$ und dem magnetischen Moment $\vec{\mu}_s = -g_s \cdot \frac{e}{2m} \cdot \vec{s}$ mit dem g_s -Faktor = 2 ist.

Die Elektronenspins, die wiederum dem *Pauli-Prinzip*² gehorchen, tragen die magnetischen Momente; da sich die magnetischen Momente der vollständig besetzten Orbitale jedoch gegenseitig aufheben, ist nur die Belegung der D-Orbitale für die magnetische Eigenschaft relevant. Weisen diese eine parallele Ordnung auf, entsteht unterhalb der sog. *Curie-Temperatur*³ im Festkörper das kooperative Phänomen, das Ferromagnetismus genannt wird. Oberhalb der Curie-Temperatur verschwindet diese ferromagnetische Ordnung.

Ferromagnetismus

Es existieren drei Metalle, die ein ferromagnetisches Verhalten aufweisen: Nickel, Eisen und Kobalt, sowie daraus und mit Anteilen weiterer Metalle hergestellte Legierungen. Magnetisch wirksame Materialien werden in Weich-, halbharte und Hartmagnete eingeteilt. Weichmagnete können bei relativ geringer Feldstärke ummagnetisiert werden und haben eine relativ geringe Remanenz. Hartmagnete besitzen eine hohe Koerzitivfeldstärke und können demzufolge bei üblichen Feldstärken nicht ummagnetisiert werden. Auf diese Weise ist ihre Remanenzflussdichte unabhängig vom Erregerzustand.

Die Ordnung der magnetischen Momente in einem Festkörper wird durch Austauschwechselwirkungen in Abhängigkeit des relativen Atomabstandes vermittelt. Bei einem räumlich ausgedehnten Ferromagneten stellen sich jedoch übergeordnete, energetisch bedingte Strukturen ein, die *Domänen*⁴ genannt werden und die durch *Domänenwände*⁵ getrennt vorliegen. Abbildung 5.2 stellt schematisch dar, wie die von den Blochwänden getrennten Weißschen Bezirke innerhalb eines Kornes vorliegen und wie diese Körner wiederum durch ihre Korngrenzen getrennt werden.

Diese ausführliche Darstellung soll hauptsächlich dazu dienen, den Zusammenhang zwischen dem in dieser Arbeit verwendeten weichmagnetischen Material und seiner Korngrößen zu verdeutlichen. Die in Kapitel 2.1.1 ausgeführten Anforderungen an eine bestimmte Korngrößenverteilung werden also keineswegs nur durch die dichteste Schüttung bestimmt. Die magnetischen Domänen sind höchstens so groß wie das Korn selbst; daher müsste die Anwendung kleine Körner eigentlich vermeiden. Dies widerspricht jedoch der Anforderung an eine hohe Füllung. Weitere Ausführungen hierzu finden sich im folgenden Kapitel 5.3.3.

²Nach Wolfgang Ernst Pauli (1900 bis 1958). Er erhielt für die Beschreibung des *Ausschlussprinzips* 1945 den Nobelpreis, nach dem in einem Atom keine zwei Elektronen in allen vier Quantenzahlen, die zu seiner Zustandsbeschreibung notwendig sind, übereinstimmen dürfen. Die relevanten Quantenzahlen sind dabei die Schale des Elektrons (Hauptquantenzahl), der Spin der Elektronen (Spinquantenzahl), die Drehimpulsquantenzahl und die magnetische Quantenzahl.

³Nach dem französischen Physiker Pierre Curie (1859 bis 1906)

⁴Benannt nach dem französischen Physiker Pierre Ernest Weiß (1856 bis 1940) werden die Domänen *Weiß'sche Bezirke* genannt.

⁵Der schweizerisch-amerikanische Physiker Felix Bloch (1905 bis 1983) gab den Domänenwänden den Namen *Blochwände*. Blochwände haben eine geometrische Ausdehnung und weisen eine Stärke von etwa 10 nm auf [Pei05].

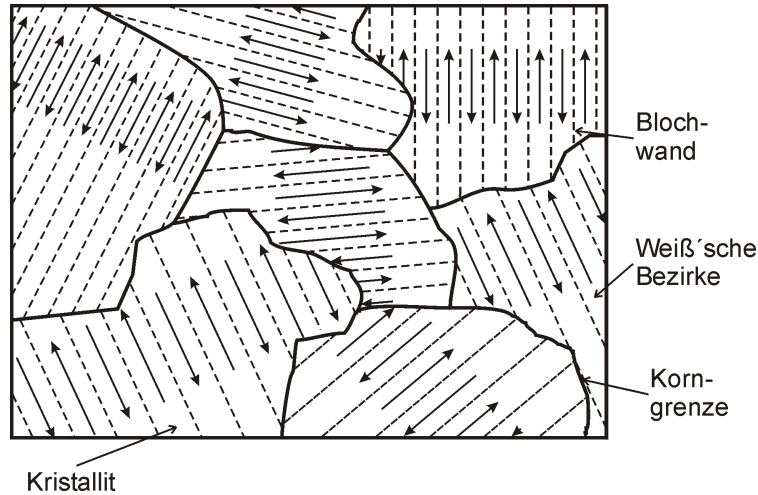


Abbildung 5.2: Schema der Domänen innerhalb des Korns

Elektrische und magnetische Felder

In der Elektrotechnik werden fünf Vektorfelder definiert: die elektrische Feldstärke \vec{E} , die elektrische Flussdichte oder Verschiebungsdichte \vec{D} , die elektrische Stromdichte \vec{J} , die magnetische Feldstärke \vec{H} und die magnetische Flussdichte \vec{B} [Wol97, Bei97].

Nach Maxwell lassen sich diese Grundgrößen durch vier Feldgleichungen und drei Materialgleichungen beschreiben.

Das **Durchflutungsgesetz**: die magnetische Feldstärke H in $\frac{A}{m}$ wird durch die integrale Feldgleichung

$$\oint_s \vec{H} d\vec{s} = \iint_A \vec{J} \cdot d\vec{A} \quad (5.1)$$

mit der Stromdichte J verbunden. Die Integration des Vektors \vec{H} erfolgt über den geschlossenen Weg s . Dieser stellt somit eine Fläche A dar und die magnetische Feldstärke entspricht somit der aufintegrierten Stromdichte über diese Fläche.

Die Summe der Ströme, welche die Fläche A durchflutet, wird auch als *Stromstärke* I bezeichnet. Hierbei gilt:

$$I = \iint_A \vec{J} \cdot d\vec{A}. \quad (5.2)$$

Im einfachsten Fall wird um ein geschlossenes, magnetisch leitfähiges Bauteil eine elektrisch leitfähige Wicklung mit N Windungen gelegt, durch die ein elektrischer Strom der Größe I fließt. Unter der Annahme eines isotropen Körpers wird dann aus den beiden vorhergehenden Gleichungen die Beziehung

$$H = \frac{N}{s} \cdot I, \quad (5.3)$$

wobei s die mittlere Länge der magnetischen Feldlinien im geschlossenen Bauteil ist. Es besteht in diesem Bauteil ein linearer Zusammenhang zwischen der magnetischen Feldstärke und der elektrischen Stromstärke. Das entstehende Magnetfeld weist die SI-Einheit $\frac{A}{m}$ auf.

Das **Induktionsgesetz**: es verknüpft die elektrische Feldstärke längs der Berandung einer Fläche mit der Änderung des magnetischen Flusses, welche dann gleich groß, aber entgegen gerichtet ist:

$$\oint_s \vec{E} d\vec{s} = -\frac{\partial}{\partial t} \iint_A \vec{B} d\vec{A}. \quad (5.4)$$

Die **Quellenfreiheit des Magnetfeldes**: Der magnetische Fluss durch eine geschlossene Hüllfläche ist gleich Null:

$$\oiint \vec{B} d\vec{A} = 0 \quad (5.5)$$

Die **vierte Maxwellsche Gleichung** beschreibt darüber hinaus, dass der Verschiebungsfluss durch eine geschlossene Hüllfläche gleich der umschlossenen Ladung ist. Sie wird dargestellt durch das Volumenintegral über die Ladungsdichte ρ .

$$\oiint \vec{D} d\vec{A} = \iiint_V \rho dV. \quad (5.6)$$

Verknüpft werden die Feldgrößen durch die drei Materialgleichungen. Stromdichte und Verschiebungsdichte sind der elektrischen Feldstärke proportional, während die Flussdichte der magnetischen Feldstärke proportional ist:

$$S = \kappa \cdot E; D = \varepsilon \cdot E; B = \mu \cdot H \quad (5.7)$$

Hierbei ist κ die elektrische Leitfähigkeit, ε die Elektrizitätskonstante und μ die Permeabilität. Diese sind in der Regel Tensoren, jedoch bei isotropen Stoffen skalare Ortsfunktionen.

Die magnetische Feldkonstante μ_0 soll näher betrachtet werden. Sie gilt als Naturkonstante und besitzt den Wert $\mu_0 = 4 \cdot \pi \cdot 10^{-7} \frac{Vs}{Am}$.

Permeabilität und Suszeptibilität

Die magnetische Permeabilitätszahl μ , auch *relative Permeabilität* genannt, ist bei weichmagnetischen Werkstoffen $\gg 1$ und quantifiziert gegenüber diamagnetischen oder paramagnetischen Werkstoffen die Konzentration des Magnetfeldes in einem Feststoff. Für technische Berechnungen und Anwendungen ist μ_r in DIN 1324 Teil 2 insgesamt elf Mal nach unterschiedlichen Gesichtspunkten definiert. Neben der Permeabilitätszahl μ_r als Quotient aus magnetischer Flussdichte B in Tesla (T) und magnetischer Feldstärke

H in Ampère pro Meter ($\frac{A}{m}$) $\mu_r = \frac{B}{H}$ gelten die in Tabelle 5.8 aufgeführten weiteren Definitionen.

Tabelle 5.1: Permeabilitätszahlen nach DIN 1324 Teil 2

| Bezeichnung | Berechnung |
|---------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| Permeabilität | $\mu = \frac{B}{H}$ |
| relative Permeabilität | $\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}$ |
| differentielle Permeabilität | $\mu_{dif} = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{dB}{dH}$ |
| Amplitudenpermeabilitätszahl | $\mu_a = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{\hat{B}}{\hat{H}}$ |
| Wechselpermeabilitätszahl | $\mu_{\sim} = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{\tilde{B}}{\tilde{H}}$ |
| Anfangspermeabilitätszahl | $\mu_i = \lim_{H \rightarrow 0} \mu_a$ |
| Maximalpermeabilitätszahl | $\mu_{max} = (\mu)_a \max$ |
| Überlagerungspermeabilitätszahl | $\mu_{\Delta} = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{\Delta B}{\Delta H}$ |
| Impulspermeabilitätszahl | $\mu_p = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{\Delta B}{\Delta H}$ |
| Reversible Permeabilitätszahl | $\mu_p = \lim_{H \rightarrow 0} \mu_{\Delta}$ |
| komplexe Permeabilitätszahl | $\mu_a = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{\vec{B}}{\vec{H}}$ |

Gerade für die in der Magnetik bedeutsamen Materialien mit hohen Permeabilitäten ist anzunehmen, dass die Permeabilitätszahl eine nichtlineare Funktion der magnetischen Feldstärke ist. Sie könnte zusätzlich abhängig sein von der Änderungsgeschwindigkeit der Feldstärke $\frac{dH}{dt}$, die durch eine zeitliche Änderung des elektrischen Stromes in der Wicklung hervorgerufen wird. Diese wird durch das Induktionsgesetz (Gleichung 5.4) beschrieben [Pei03].

Als weitere charakterisierende Größe soll die magnetische Suszeptibilität χ als Quotient aus Sättigungsinduktion und Magnetfeld $\chi = \frac{M}{H}$ definiert werden.

Mit diesen Definitionen können nun magnetische Materialien grundsätzlich beschrieben werden [Lal92]:

- Das Vakuum besitzt $\chi = 0$ und $\mu = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Vs}{Am}$. M ist 0, daher ist die magnetische Flussdichte $B = \mu_0 \cdot H$, μ_r ist 1.
- Ein diamagnetisches Material besitzt ein kleines und negatives χ . μ_r ist < 1 .
- Para- und antiferromagnetische Materialien sind gekennzeichnet durch ein kleines und positives χ . μ_r ist nur wenig größer als 1.

- Bei Ferro- und ferrimagnetischen Materialien ist sowohl χ wie auch μ positiv und durch einen großen Absolutwert gekennzeichnet. Außerdem gilt $\chi, \mu = f(H)$.

Charakterisierung von magnetischen Materialien

Soll ein magnetisches Material charakterisiert werden, wird ein z.B. ringförmiges, geschlossenes und magnetisch leitfähiges Bauteil mit einer Wicklung aus einem elektrischen Leiter belegt. Durch diesen Leiter wird durch einen zeitlich sich ändernden Strom $\frac{dI}{dt}$ ein zeitlich geändertes Magnetfeld $\frac{dH}{dt}$ verursacht. Wie bereits erwähnt tritt, beschrieben durch das Induktionsgesetz, eine Änderung der Flussdichte im Querschnitt A des Bauteils und damit eine Umlauf- oder induzierte Spannung als Wegintegral der elektrischen Feldstärke E auf. Für diese induzierte Spannung gilt bei Annahme eines homogenen Körpers:

$$U_i = -A \cdot \frac{dB}{dt}. \quad (5.8)$$

Daraus folgt:

$$B = -\frac{1}{A} \cdot \int U_i dt. \quad (5.9)$$

Die Flussdichte B in Abhängigkeit von der magnetischen Feldstärke H ist zumeist eine nichtlineare Funktion. Sie ist experimentell zu bestimmen. Da jedoch weder Flussdichte noch magnetische Feldstärke direkt erfasst werden können, wird stattdessen in einer geeigneten Versuchsanordnung die induzierte Spannung U_i und der Erregerstrom I gemessen. Bei einer periodischen z.B. sinusförmigen Erregung ergibt sich dann eine Hysteresekurve.

Die dargestellten Beziehungen und Theorien zeigen ebenso wie die Vielfalt der Materialkenngrößen, dass sich die Qualität eines magnetischen Materials nicht durch eine einzige Kenngröße ausreichend beschreiben lässt. Die Eignung für einen bestimmten Einsatzfall erfordert stets die Bewertung eines Kenngrößen-Kollektivs, welches über die elektrotechnischen Anforderungen hinaus in dieser Arbeit zusätzlich durch die Fähigkeit zur kunststofftechnischen Verarbeitung bestimmt wird.

Abbildung 5.3 zeigt die Ummagnetisierungshysteresse eines Transformatorenblechs. Anhand dieser Abbildung können die charakteristischen Kennwerte zugeordnet werden: während einer Ummagnetisierung durch den periodischen Verlauf der magnetischen Feldstärke vom positiven zum negativen Maximalwert stellt sich im Material eine entsprechende Flussdichte ein. Ist das Material durch die Feldstärke bis zur Sättigung aufmagnetisiert, wird die Sättigungsinduktion B_r definiert. Bei Zurücknahme der Feldstärke auf den Wert 0 bleibt dann die Remanenz B_i im Material bestehen, bevor die Ummagnetisierung stattfindet. Um die Flussdichte im Material ebenfalls auf 0 zu bringen, muss die Koerzitivfeldstärke H_c aufgewendet werden. Die Fläche unter der Ummagnetisierungshysteresse stellt die volumenspezifische Verlustleistung dar.

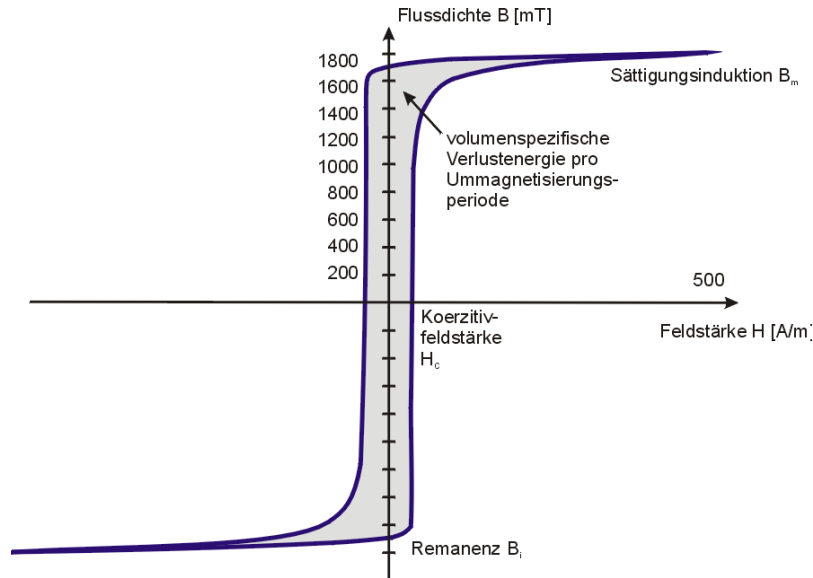


Abbildung 5.3: Ummagnetisierungshystereseschleife eines Trafoblechs [Cer04]

Hart- und Weichmagnete

Die Unterscheidung zwischen Hart- und Weichmagnet wird, anhand der Hystereseschleife dargestellt, anschaulich. Abbildung 5.4 stellt diesen Verlauf dar.

Charakterisiert anhand der Koerzitivfeldstärke H_c in $\frac{A}{m}$, also der Feldstärke eines von außen wirkenden entgegengerichteten Magnetfeldes, das die auftretende Magnetisierung eines Materials überwinden kann, über die Sättigungsinduktion bis zur vollständigen Polarisierung des Materials (siehe Abbildung 5.5) beginnen die Nickel-Eisen-Werkstoffe bei H_c um $1 \frac{A}{m}$ im mittleren Bereich einer Sättigungsinduktion von 0,8 bis 1,6 T. Weichmagnetische Ferrite reichen mit H_c bis zu $10^3 \frac{A}{m}$, weisen jedoch nur relativ niedrige Sättigungsinduktionen bis 0,5 T auf. Höhere Sättigungsinduktionen haben bei gleicher Koerzitivfeldstärke gesintertes Nickel-Eisen (0,7 bis 1,2 T), gesintertes Eisen-Silizium und gesintertes Eisen⁶ (bis 2,0 T). Eisensilizium, Reineisen und Cobalt-Eisen erreichen bis zu 2,5 T Sättigungsinduktion [Bol90].

Den Übergang zu den magnetisch halbharten Werkstoffen stellen die Kohlenstoffstähle dar. Gemeinsam mit den Kobalt-Eisen-Nickel-Legierungen erreichen sie relativ hohe Sättigungsinduktionen bei Koerzitivfeldstärken bis zu $10^4 \frac{A}{m}$. Der Bereich der hartmagnetischen Werkstoffe ab $10^4 \frac{A}{m}$ Koerzitivfeldstärke beinhaltet Legierungen aus Eisen, Kupfer, Nickel, Aluminium, Chrom, Vanadium und Kobalt. Je nach Zusammensetzung erreichen diese Legierungen Sättigungsinduktionen von bis zu 1,6 T bei Koerzitivfeldstärken bis $10^5 \frac{A}{m}$.

⁶Elementares Eisen ohne gewollte oder nennenswerte Anteile von Legierungsbestandteilen wird im Zusammenhang mit magnetisch wirksamen Materialien auch *Reineisen* genannt.

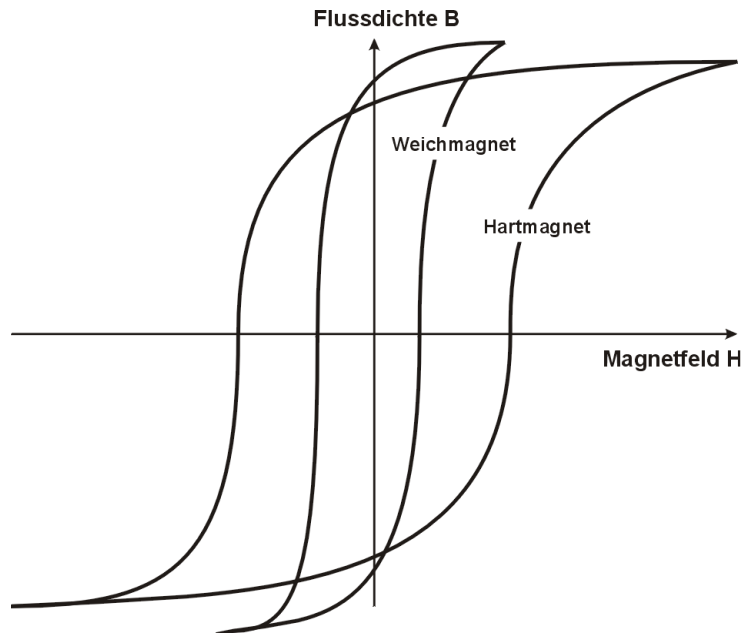


Abbildung 5.4: Unterscheidung der Hart- und Weichmagnete anhand ihrer Ummagnetisierungshysteresen

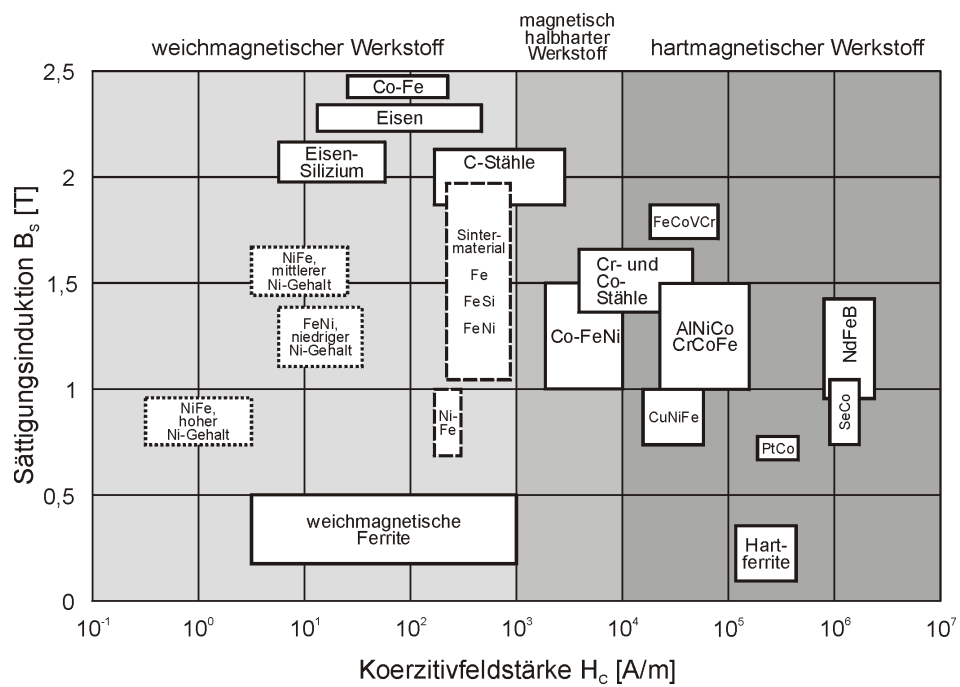


Abbildung 5.5: Unterscheidung in Hart- und Weichmagnete

Höchste Koerzitivfeldstärken werden bei Sättigungsinduktionen von $\leq 1,5$ T mit Verbindungen aus den Lanthanoiden⁷ Neodym und Samarium, den Alkalimetallen Strontium und Barium sowie dem Nichtmetall Bor erreicht.

5.2 Bestimmung der weichmagnetischen Eigenschaften

Die Bestimmung der Eigenschaften von weichmagnetischen Werkstoffen wird allgemein, in ihren Begrifflichkeiten und durch die grundlegenden Prüfverfahren in der DIN 50460 beschrieben [N.N98]. Ihr Anwendungsbereich erstreckt sich auf Messungen im magnetischen Gleich- oder Wechselfeld mit sinusförmigen Frequenzen zwischen 15 und 400 Hz ohne Gleichstromkomponente.

Die magnetischen Größen, die einen weichmagnetischen Werkstoff hinreichend kennzeichnen, sind:

- Im magnetischen Gleichfeld
 - Die Maximalwerte der magnetischen Flussdichte B_{max} oder der magnetischen Polarisation J_{max} in Abhängigkeit der magnetischen Feldstärke, also $B_{max} = f(H_{max})$ oder $J_{max} = f(H_{max})$;
 - die Permeabilitätszahl $\mu_r = f(H_{max})$;
 - die Wertepaare B, H oder J, H zur Darstellung der Hystereseschleife;
 - die Ummagnetisierungsarbeit $W_S = f(B_{max})$ oder $W_S = f(J_{max})$
 - die remanente Flussdichte oder remanente Polarisation $B_r = J_r = f(B_{max})$ bzw. $f(H_{max})$;
 - sowie die Koerzitivfeldstärke $H_{cB} = f(B_{max})$ bzw. $f(J_{max})$.
- Im magnetischen Wechselfeld
 - Die Scheitelwerte der magnetischen Flussdichte \hat{B} oder der magnetischen Polarisation \hat{J} in Abhängigkeit vom Scheitelwert oder vom Effektivwert der magnetischen Feldstärke \hat{H} , also $\hat{B} = f(\hat{H})$ oder $\hat{J} = f(\hat{H})$;
 - die Permeabilitätszahl $\mu_r = f(\hat{H})$;

⁷Die Lanthanoid-Elemente sind Ce (Cer), Pr (Praseodym), Nd (Neodym), Pm (Promethium), Sm (Samarium), Eu (Europium), Gd (Gadolinium), Tb (Terbium), Dy (Dysprosium), Ho (Holmium), Er (Erbium), Tm (Thullium), Yb (Ytterbium) und Lu (Luthetium). Diese verlaufen im Periodensystem teils kontinuierlich, teils diskontinuierlich und weisen einen starken Magnetismus auf, der sich auf bis zu sieben ungepaarte Elektronen im 4f-Niveau begründet. Einige Lanthanoide werden in der Technik eingesetzt: Neodym findet Verwendung in Nd-YAG-Lasern und in Magnetmaterialien, Samarium wird mit bis zu 2000 Tonnen pro Jahr in Kleinstmagneten eingesetzt, Europiumverbindungen sind unter anderem als Leuchtstoffe wichtig. Die weiteren Lanthanoide sind technisch von untergeordneter Bedeutung bzw. nicht stabil [Rö04].

- die Wertepaare B, H oder J, H zur Darstellung der Hystereseschleife;
- die Ummagnetisierungs-Verlustleistung $P_S = f(\hat{B})$ oder $P_S = f(\hat{J})$
- die remanente Flussdichte oder remanente Polarisation $B_r = J_r = f(\hat{B})$ bzw. $f(\hat{H})$;
- sowie die Koerzitivfeldstärke $H_{cB} = f(\hat{B})$ bzw. $f(\hat{J})$.

Bei der Messung der magnetischen Eigenschaften werden spezifische Begriffe verwendet. Hierbei seien Messvolumen⁸, Probenmasse⁹, Probenquerschnitt¹⁰, wirksame Weglänge¹¹, Primärwicklung¹², Sekundärwicklung¹³ und Flussspannung¹⁴ genannt.

Als Voraussetzung für die Messungen muss gelten, dass die magnetischen Eigenschaften der Probe innerhalb des Messvolumens repräsentativ für die Gesamtprobe sind, die Flussdichte innerhalb der Probe muss so homogen wie möglich sein und Formfaktor, Frequenz, Leistung, elektrische Spannung, elektrischer Strom und die Zeitintegrale von Spannung und geometrischen Daten möglichst exakt gehalten werden.

Diese Voraussetzungen und Theorien über den Effekt des Magnetismus und die Messung seiner Auswirkungen sollen im folgenden Kapitel auf das kunststofftechnisch hergestellte Material übertragen werden.

5.3 Die Permeabilität eines weichmagnetisch gefüllten Compounds

5.3.1 Die Abhängigkeit vom Füllgrad

Wenn ein Bauteil zu 70 Vol.% mit einem weichmagnetischen Füllstoff gefüllt ist, lässt sich zunächst die Annahme ableiten, dass es theoretisch zwei einzelne Bereiche im Bauteil gibt, die voneinander getrennt vorliegen: 70 % des Bauteils besteht aus reinem Füllstoff und 30 % besteht aus dem Matrixpolymers, das im gescherten magnetischen Kreis als Luftspalt angesehen werden kann (siehe Abbildung 5.6). Als Vereinfachung muss dabei jedoch angenommen werden, dass der Luftspalt keinen Streufluss verursacht.

Als Voraussetzung für die Annahme dieses Modells soll zunächst die magnetische Spannung V definiert werden. Da sich im allgemeinen die magnetische Erregung \vec{H} entlang

⁸Das mit V_m erfasste Volumen der Probe.

⁹Die wirksame Probenmasse, in der die Ummagnetisierungsverluste entstehen.

¹⁰Die Fläche A , durch die der Probenfluss hindurchgeht.

¹¹Die wirksame magnetische Weglänge l_m ist gleich der Länge eines Ersatzleiters, über den bei gleicher Feldstärke wie im geschlossenen Kreis eine der elektrischen Durchflutung dieses Kreises gleiche magnetische Spannung abfällt.

¹²Die Magnetisierungswicklung der Probe.

¹³Die Flussmesswicklung zur Bestimmung der Flussdichte um das Messvolumen.

¹⁴Die Flussspannung wird durch die Änderung des gesamten Flusses in der Flussmesswicklung erzeugt.

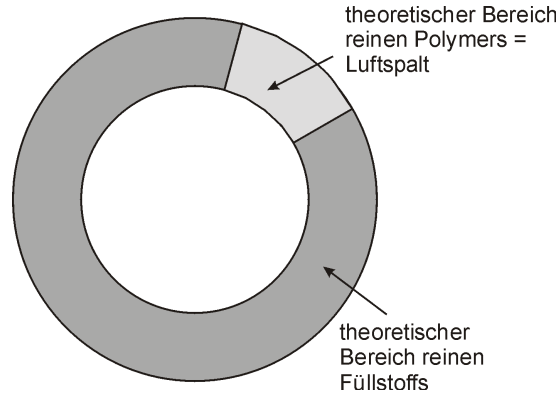


Abbildung 5.6: Theoretische Bereiche von Füllstoffen und Polymer

eines Weges sowohl in Richtung als auch im Betrag ändern kann, darf das Produkt aus Weg und Erregung nur für infinitesimale Wegstücke angenommen werden. Es ergibt sich damit für jedes Wegelement $d\vec{s}$ die magnetische Spannung [Fro94]:

$$dV = \vec{H} \cdot d\vec{s}. \quad (5.10)$$

Werden alle infinitesimalen Spannungen dV über einen Weg durch die Punkte 1 und 2 aufsummiert, so ergibt sich die allgemein gültige Gleichung für die magnetische Spannung:

$$V_{m12} = \int_1^2 \vec{H} \cdot d\vec{s} \quad (5.11)$$

Bei einer Ringspule des mittleren Durchmessers R , also einem geschlossenen magnetischen Kreis, gilt analog zur Quellenfreiheit des magnetischen Feldes (Gleichung 5.5), dass der auftretende Fluss Φ gleich seiner Ursache, der Durchflutung Θ , multipliziert mit einem Materialfaktor sein muss.

$$\Phi = B \cdot A = \frac{\Theta \mu A}{2\pi R} = \Theta \cdot \frac{\mu A}{l} \quad (5.12)$$

Dieser Faktor wird als magnetischer Leitwert Λ , bzw. sein Kehrwert als magnetischer Widerstand R_m bezeichnet:

$$\Lambda = \frac{\mu A}{l} = \frac{1}{R_m} \quad (5.13)$$

Mit diesen Voraussetzungen lässt sich die Abhängigkeit der Compoundpermeabilität vom Füllgrad wie folgt darstellen: Aus dem Zusammenhang für die magnetische Flussdichte

$$B = \mu_0 \cdot \mu_r \cdot H \quad (5.14)$$

soll bestimmt werden, wie groß μ_r für das gesamte aus Compound bestehende Bauteil ist. Die magnetische Spannung V_m setzt sich aus den Anteilen im Polymer und im Metall

zusammen. Daher gilt:

$$V_m = \Phi \frac{l \cdot \xi_{\text{Füllstoff}}}{\mu_0 \cdot \mu_r \cdot A} + \frac{l \cdot \xi_{\text{Polymer}}}{\mu_0 \cdot 1 \cdot A} \quad (5.15)$$

In Abhängigkeit vom Füllgrad stellt sich der magnetische Widerstand wie folgt dar:

$$R_m = \frac{l}{\mu_0 A} \left[\frac{\xi}{\mu_r} + (1 - \xi) \right] \quad (5.16)$$

Mit der Definition des magnetischen Flusses

$$\Phi = \iint_A B dA = B \cdot A \quad (5.17)$$

folgt aus (5.19) und (5.20) die mittlere Permeabilitätszahl zu

$$\overline{\mu_r} = \frac{\mu_r}{\xi + \mu_r(1 - \xi)} \quad (5.18)$$

Für $\xi < 1$ und $\mu_r \gg 1$ reduziert sich (5.21) auf die Aussage, dass $\overline{\mu_r}$ keine Funktion mehr von μ_r ist:

$$\overline{\mu_r} = \frac{1}{1 - \xi} \neq f(\mu_r) \quad (5.19)$$

Die Erfahrung lehrt, dass sich materialspezifische Parameter nur in den seltensten Fällen mit linearen Berechnungen erfassen lassen. Messwerte vorangegangener Untersuchungen haben gezeigt, dass sich auch schon bei relativ niedrigen Füllgraden ξ und bereits bei Füllstoffen mit geringer absoluter Permeabilität wie zum Beispiel Magnetit ($\mu_r \approx 30$) eine Compoundpermeabilität von > 1 einstellt [Wen02]. Dieses Phänomen soll wie folgt theoretisch betrachtet werden:

Abbildung 5.7 zeigt, dass sich, ausgehend vom linearen Zusammenhang zwischen dem Füllstoffanteil 0,7 von 1 und dem Polymeranteil 0,3 von 1, die Abhängigkeiten ändern, sobald die Betrachtungsdimension um Eins erhöht wird. Flächig würde sich ein quadratischer Zusammenhang zeigen, räumlich ein kubischer usw.

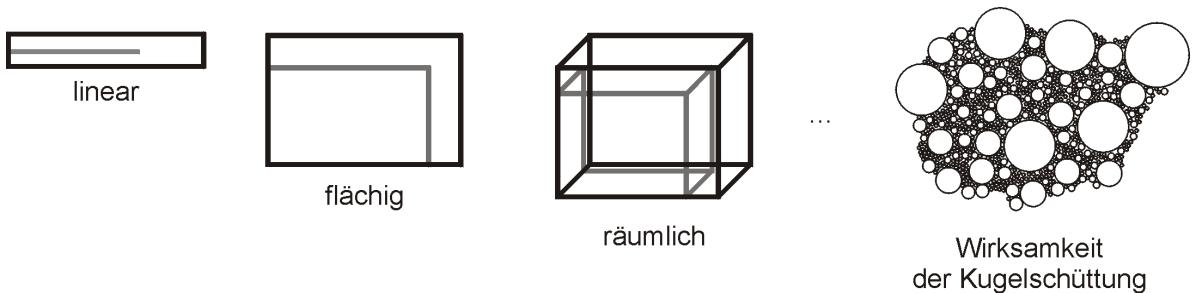


Abbildung 5.7: Darstellung unterschiedlicher geometrischer Abhängigkeiten der Permeabilität vom Füllgrad

Die menschliche Vorstellungskraft dieser Abhängigkeiten endet bei der Darstellung der dritten Dimension, jedoch ist die Erhöhung der Dimensionen mathematisch in diesem Beispiel kein Problem. Wie sich die Wirksamkeit bzw. die exponentiell beschriebene Abhängigkeit der Kugelschüttung im thermoplastischen Compound in Bezug auf die magnetische Wirkung, nämlich die Permeabilität, darstellt, soll anhand von Messwerten postuliert werden.

Hierzu soll zunächst der Graph des beschriebenen mathematischen Zusammenhangs aufgezeigt werden. In Abbildung 5.8 sind vier unterschiedliche Verläufe zu erkennen, welche durch Variation des Exponenten erzeugt werden.

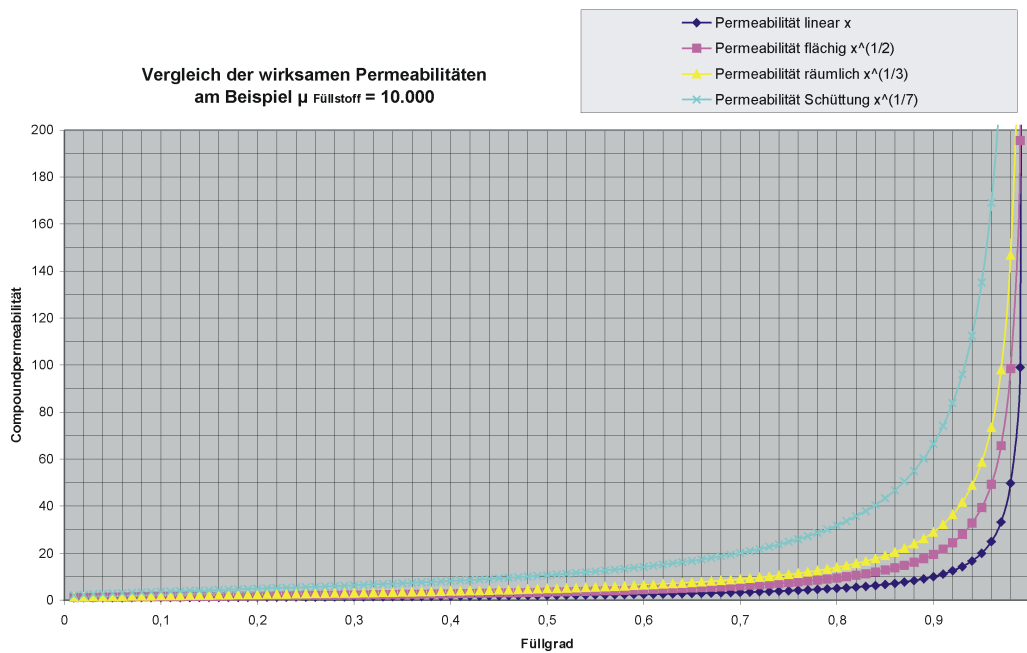


Abbildung 5.8: Darstellung der theoretischen Compoundpermeabilität in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer angenommenen Füllstoffpermeabilität von 10.000

Bei der Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen Permeabilität und Füllgrad zeigt die Kurve, ausgehend von der Permeabilität 1 bei einem Füllstoffgehalt von 0%, erst bei 90 von 100 Prozent einen nennenswerten Anstieg, der hyperbolisch zunimmt und sich bei $\xi_{\text{Füllstoff}} \rightarrow 1$ der Materialpermeabilität (in diesem Beispiel mit dem Wert 10.000) annähert¹⁵.

Liegt jedoch ein gefülltes Volumen vor in dem sich die Wirksamkeit der magnetischen Partikel bezogen auf die Permeabilität darstellt, so muss die erste, lineare Abschätzung x durch \sqrt{x} für eine Fläche, bzw. durch $\sqrt[3]{x}$ für ein Volumen ersetzt werden. In diesen

¹⁵Welche Materialpermeabilitäten tatsächlich vorliegen, wird in Kapitel 5.3.2 beschrieben.

Fällen wird der Kurvenverlauf im Gegensatz zum linearen x deutlich angehoben.

Ausgehend von den Messwerten der Permeabilität für Magnetit [Wen02] und Eisen-Silizium, welche in Tabelle 5.2 angegeben sind, muss diese Kurve jedoch wesentlich stärker angehoben werden, als es eine Volumenwirksamkeit durch $\sqrt[3]{x}$ beschreiben würde. Die vorgenommene Anpassung, die als Wirksamkeit der Kugelschüttung postuliert wird, ist $\sqrt[7]{x}$.

Tabelle 5.2: Messungen der Permeabilitäten für hochgefüllte thermoplastische Compounds; die Messungen für Magnetit beziehen sich auf [Wen02].

| Materialbezeichnung | Füllgrad in Vol.% | gemessene Permeabilitätszahl |
|---------------------|-------------------|------------------------------|
| Magnetit-PP | 4,22 | 1,22 |
| Magnetit-PP | 10,5 | 1,51 |
| Magnetit-PP | 20,9 | 1,98 |
| Magnetit-PP | 41,4 | 3,2 |
| Magnetit-PP | 61,36 | 4,44 |
| Magnetit-PP | 77,03 | 6,12 |
| FeSi-PP | 9,5 | 1,91 |
| FeSi-PP | 15,25 | 2,28 |
| FeSi-PP | 23,88 | 3,04 |
| FeSi-PP | 30,22 | 3,97 |
| FeSi-PP | 41,01 | 6,99 |
| FeSi-PP | 49,64 | 14,07 |

5.3.2 Die Abhängigkeit von der Füllstoffpermeabilität

Unter der Annahme, dass ein Füllstoff vorliegt, der eine sehr viel niedrigere Permeabilität aufweist, als in Abbildung 5.8 dargestellt ist, ändert sich der grundsätzliche Kurvenverlauf jedoch im praktisch erreichbaren, aber anzustrebenden maximalen Füllgrad von ca. 70 Volumenprozent¹⁶ nur unerheblich. Abbildung 5.9 zeigt am Beispiel einer Materialpermeabilität μ_r von 200, welcher Verlauf der Compoundpermeabilität für die vier dargestellten Exponenten zu erwarten ist.

Die maximale Permeabilität von Eisensilizium wird von Bozorth in [Boz68] bei einem Siliziumgehalt von ca. 6,3% angegeben. Sie beträgt in dem Fall ca. 28.800. Bei einem Si-

¹⁶Die Volumenfüllgrade differieren aufgrund der Dichteunterschiede zwischen Magnetit mit 5,1 g/cm³ und der bereits beschriebenen 7,85 g/cm³ bei Eisensilizium.

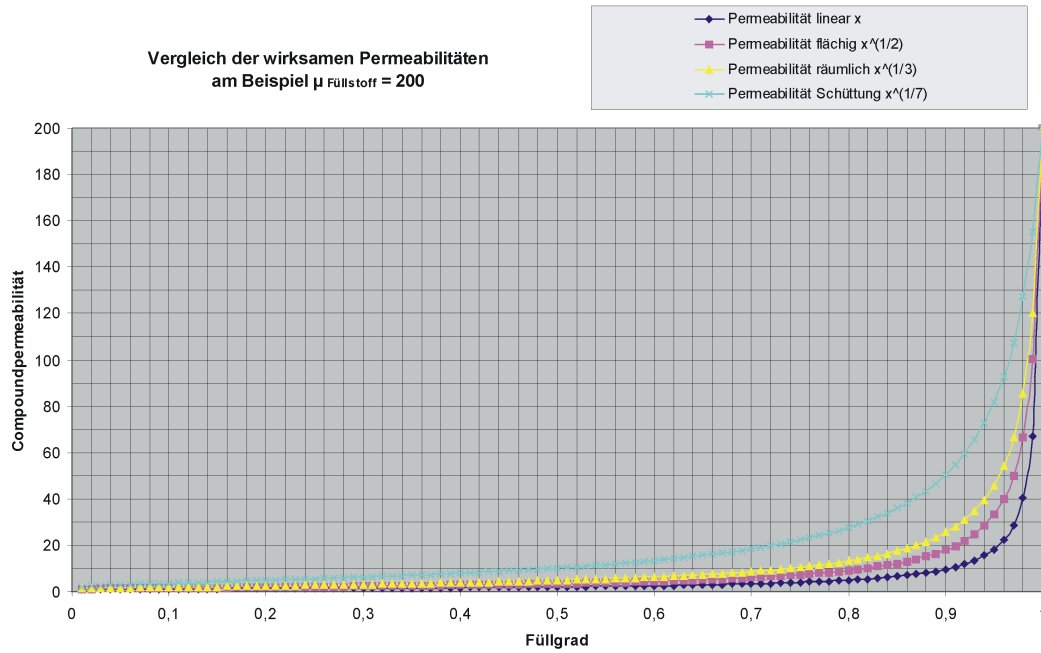


Abbildung 5.9: Darstellung der theoretischen Compoundpermeabilität in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer angenommenen Materialpermeabilität von 200

litziumgehalt von 6,8% liegt sie bei ca. 11.500¹⁷. Diese theoretisch mögliche Permeabilität kommt jedoch in technischen Anwendungen, welche grundsätzlich zwar mikroskopische, aber dennoch vorhandene Luftspalte aufweisen, nicht zum Tragen. Für technische Anwendungen liegt die erreichte Permeabilität um einiges niedriger. Ihr genauer Wert wird von der Art und der Ausführung der Anwendung bestimmt.

Die beschriebene Modellvorstellung aus getrennten Bereichen zwischen magnetisch permeablem Füllstoff und umgebendem Polymer berücksichtigt nicht, dass innerhalb des Materialgemischs bestimmte weitere Vorgänge stattfinden. Das Magnetfeld wird bei der Leitung durch das gesamte Compound den Weg seines geringsten Widerstandes wählen und daher, sobald dies möglich ist, durch die Füllstoffpartikel fließen. Abbildung 5.10 zeigt schematisch, wie eine solche Feldkonzentration innerhalb eines Compounds aussehen kann.

Durch die Tatsache, dass eine hohe Feldstärke im magnetisch permeablen Material eine Sättigung erzeugt (siehe Verlauf der Ummagnetisierungshysteresis), kommt es bei einem Kontakt der Füllstoffe zunächst zu hohen lokalen Feldstärken. In Abbildung 5.11 ist diese lokale Feldüberhöhung schematisch dargestellt. Sobald sich die sphärischen Füllstoffpartikel berühren, findet die maximale Feldüberhöhung statt, welche die Kon-

¹⁷Die maximale Sättigungsflussdichte von reinem Eisen liegt der Literatur zufolge bei ca. 2,2 T - diese sinkt mit zunehmendem Siliziumgehalt leicht ab und beträgt bei 6,8% Silizium noch rund 1,75 T.

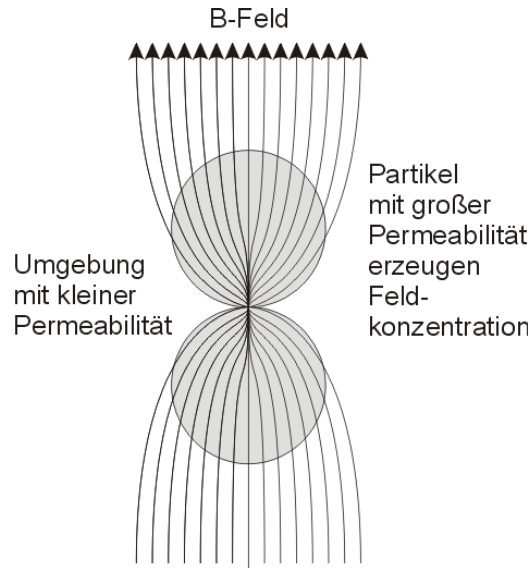


Abbildung 5.10: Schematische Darstellung einer Feldkonzentration durch zwei magnetisch leitfähige Partikel innerhalb einer Kunststoffmatrix.

taktbereiche der Kugeln in die magnetische Sättigung treiben.

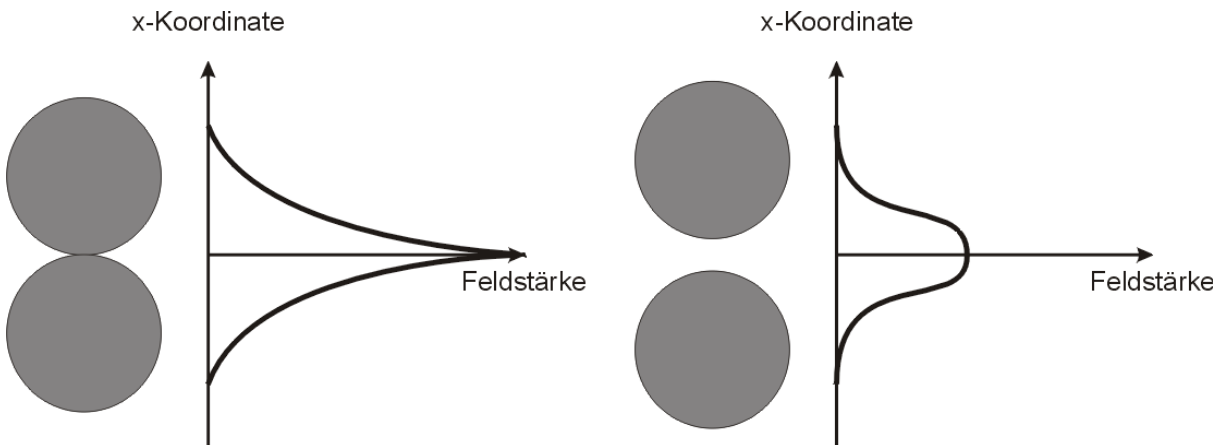


Abbildung 5.11: Schematische Darstellung der Feldüberhöhung zwischen zwei magnetisch permeablen Füllstoffpartikeln

Bei den Füllstoffpartikeln selbst kommt es dann zu einer Art geometrischen Verzerrung: als magnetisch permeabler Füllstoff steht dann nicht mehr die Kugel zur Verfügung, sondern durch die Sättigungseffekte nur noch ein Teil dieser. In Abbildung 5.12 ist schematisch dargestellt, wie eine solche Verzerrung aussehen könnte. Die Kugelkontaktpunkte sind als magnetische Leiter dann nicht mehr relevant. Statt dessen bildet sich eine magnetisch äquivalente Form des Füllstoffs aus, dessen Form durch seine eigene Sättigung bestimmt wird. Durch dieses Phänomen würde der magnetisch wirksame Füllgrad deut-

lich geringer sein, als der technisch erreichte.

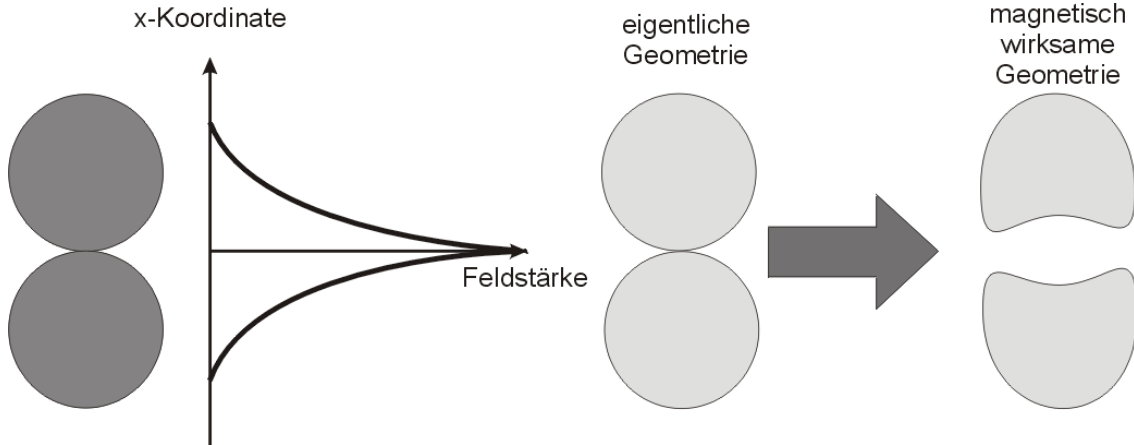


Abbildung 5.12: Schematische Darstellung der geometrischen Verzerrung der Füllstoffpartikel durch Sättigung aus überhöhter Feldstärke bei direktem Kontakt

Unter der Voraussetzung, dass eine solche Sättigung und eine damit einhergehende geometrische Verzerrung stattfindet, ist es denkbar, dass es durch einen optimalen Abstand der Partikel zueinander und damit auch einen optimalen Füllgrad gibt. Bei diesem Füllgrad sind die Partikel nahe genug aneinander gelagert, um eine hohe Gesamtpermeabilität zu erzeugen, aber liegen nicht so nahe beieinander, dass sie durch die geometrische Verzerrung einen niedrigeren wirksamen Füllgrad erzeugen. In Abbildung 5.13 ist eine solche Abhängigkeit quantitativ dargestellt.

Hashin und Shtrikman haben in [Has62] von einer solchen Überlegung unabhängig dargestellt, welche Grenzwerte für effektive magnetische Permeabilität eines Mehrphasengemisches zu erwarten ist. Sie haben zunächst postuliert, dass die Permeabilität des Gemisches monoton mit dem Füllgrad steigt und zeigen schließlich zwei Gleichungen für die obere und untere Grenze der Permeabilität auf, die entsteht, wenn ein Material der Permeabilität μ_1 mit einem Material der Permeabilität μ_2 umhüllt wird.

Die Gleichungen hierfür lauten:

$$\mu_{min} = \mu_1 + \frac{v_2}{\frac{1}{\mu_2 - \mu_1} + \frac{v_1}{3\mu_1}} \quad (5.20)$$

und

$$\mu_{max} = \mu_2 + \frac{v_1}{\frac{1}{\mu_1 - \mu_2} + \frac{v_2}{3\mu_2}} \quad (5.21)$$

Hierbei werden eingesetzt:

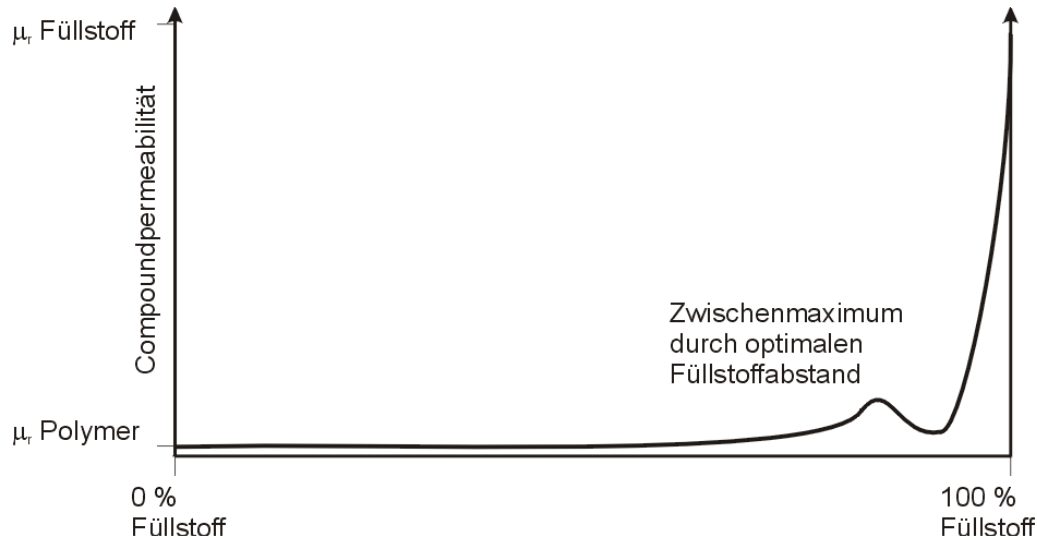


Abbildung 5.13: Qualitativer Verlauf der Abhängigkeit der Compoundpermeabilität mit einem Zwischenmaximum durch einen optimalen Füllstoffabstand

$$v_1 = \left(\frac{r_a}{r_b}\right)^3 \text{ und } v_2 = 1 - \left(\frac{r_a}{r_b}\right)^3 \quad (5.22)$$

Dabei ist r_a der Durchmesser des Füllstoffs selbst und r_b der Durchmesser des Füllstoffs mit einer Umhüllung aus Polymer.

5.3.3 Die Abhängigkeit von der Korngrößenverteilung

Makroskopische weichmagnetisch wirksame Bauteile weisen nur dann eine sehr hohe Permeabilität auf, wenn die in Abbildung 5.2 gezeigten Domänen große Ausdehnungen besitzen [Bol90]. Eine magnetische Domäne innerhalb eines Kristalls kann in einem remanenzgeglühten Metallblock mehrere Zentimeter groß werden. Sie ist für eine hohe Permeabilität im Werkstoff verantwortlich. Jedoch kann die magnetische Domäne nicht größer sein als das Partikel, in welchem sie bei einem Pulver vorliegt.

Daraus ergibt sich theoretisch die Forderung, ausschließlich große Partikel in einem Compound zu verarbeiten, jedoch zeigt die Theorie, dass der Füllstoffanteil einen deutlichen Einfluss auf die Höhe der Permeabilität hat, und dieser ist, wie die gezeigte Theorie der Fullerkurve in Abbildung 2.4 darstellt, nur durch die Einlagerung von kleinen Partikeln möglich.

Neben der theoretischen Betrachtung ist für die Anwendungstechnik auch ein wirtschaftlicher Vorteil bei der Verwendung hochgefüllter Compounds wichtig. Die erwähnte Möglichkeit zur freien Formgebung kann möglicherweise eine geringere Permeabilität ausgleichen; die Erstellung einer angepassten Siebfraction jedoch hat sich im Rahmen

dieses Projektes als zu kostenaufwendig herausgestellt. Neben dem Aufwand der Fraktionierung ist außerdem zu beachten, dass bei der Herstellung einer bimodalen Verteilung von $\geq 103\mu\text{m}$ und $\leq 23\mu\text{m}$ und aus dem vorliegenden FeSi nur ca. 10% der Masse verwendet werden kann. Diese wirtschaftlichen Nachteile müssen durch weitere Vorteile wie z.B. Montagespritzgießen, Umspritzen von Spulen und Einlegeteilen etc. in ein Gleichgewicht gebracht werden.

5.3.4 Magnetische Charakterisierung von FeSi-PP

Die verwendeten Messmethoden zur Bestimmung der weichmagnetischen Eigenschaften waren zum einen die Verwendung der spritzgegossenen Kreisringe, welche mit einer Erreger- und einer Messwicklung belegt wurden. Durch die kreisförmige Geometrie liegt im Bauteil jederzeit ein durch die Anwesenheit vom Polymer zwar geschertes, aber grundsätzlich geschlossenes Magnetfeld vor.

Die mit diesem Verfahren für FeSi-PP gemessene Hystereseschleife ist in Abbildung 5.14 dargestellt [Cer04].

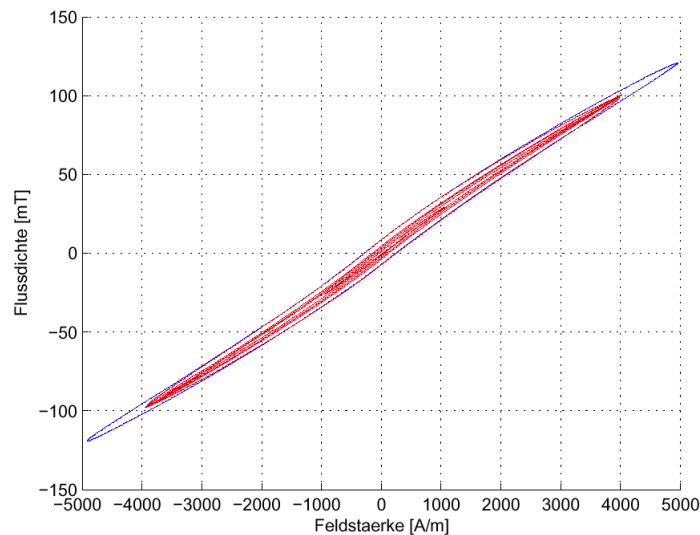


Abbildung 5.14: Ummagnetisierungshystereseschleife des Kreisringes aus FeSi-PP [Cer04]

Aus den Messungen leitet sich bei einer maximalen Erregung von $5 \frac{kA}{m}$ und einer magnetischen Flussdichte von 120 mT eine Amplitudenpermeabilitätszahl von $\mu_r = 19,098$ ab. Das Material konnte bei der verwendeten Feldstärke nicht annähernd bis in die Sättigung magnetisiert werden.

Die Tatsache, dass das Bewickeln eines Kreisrings einen hohen manuellen Aufwand darstellt, hat zur Entwicklung eines Messrahmens geführt, in welcher auch die in Kapitel 4.2.4 vorgestellten Rundstäbe mit der gleichen Aussagekraft wie am Kreisring bewertet werden konnten. Eine schematische Darstellung dieses Messrahmens ist in Abbildung 5.15 zu sehen. Bei der Messung wird eine Erregerwicklung um den Messrahmen verwendet. Die Messung erfolgt dann durch den Abgleich von zwei Messwicklungen; zum einen um die Probe selbst und zum anderen um den Rahmen. Mit dieser Schaltung ist gewährleistet, dass der magnetische Spannungsabfall über dem Rahmen kompensiert wird. Als Messgröße verbleibt der Spannungsabfall über der Probe. Zusammen mit dem über den Erregerstrom darstellbaren magnetischen Fluss ist somit die Ummagnetisierungshysterese darstellbar.

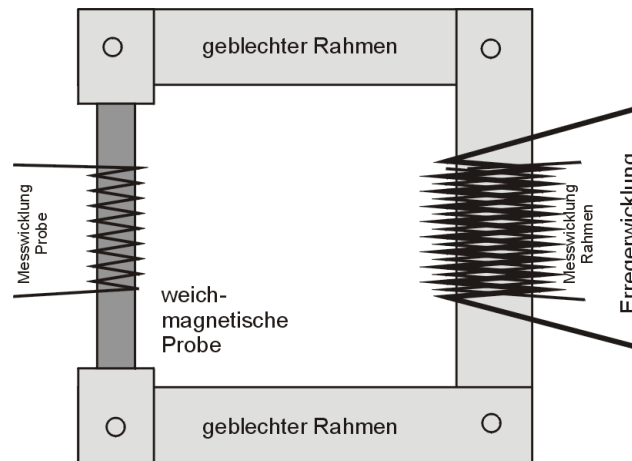


Abbildung 5.15: Skizze des verwendeten Messrahmens zur magnetischen Charakterisierung von Rundstabgeometrien

Bei vergleichenden Messungen hat sich für die Aussagefähigkeit der Ergebnisse mit der Rahmengeometrie wie für die Kreisringmessung herausgestellt, dass über die Probe magnetisch gemessen und über den Rahmen erregt werden muss. Wird diese Randbedingung eingehalten, verbindet der Messrahmen die relativ einfache Bewicklung des Rundstabes mit der als optimal anzusehenden Aussagefähigkeit der Messungen am Kreisring.

Cernat schreibt in [Cer04], dass sich für die magnetische Charakterisierung von geblechten Proben zwar der Epsteinrahmen durchgesetzt hat¹⁸, jedoch für niederpermeable Materialien dieses Verfahren nicht geeignet erscheint. Hierzu muss die Probe vielmehr in ein Werkstück mit niedrigem magnetischem Widerstand eingespannt werden, welcher das angelegte Feld in die Probe leitet. Ist der Rahmen und die Permeabilität größer als die zu messende Probe, weist der magnetische Fluss beim Übergang noch Streuungen auf, so dass sich einige magnetische Feldlinien über die Luft schließen.

Das elektrische Ersatzschaltbild des Messrahmens ist in Abbildung 5.16 dargestellt. Die magnetische Erregung Θ wird verursacht durch die Windungszahl n in der Erregerspule, durch die der Strom I fließt. Der magnetische Widerstand $R_{mRahmen}$ ist in der Anordnung sehr viel kleiner als der magnetische Widerstand der Probe (R_{mProbe}). Daher fällt die magnetische Spannung weitgehend über der Probe ab. Zur Betrachtung der Streuverluste des Magnetfeldes wird parallel zur gemessenen Probe der magnetische Widerstand R_{mStreu} eingeführt [Cer04].

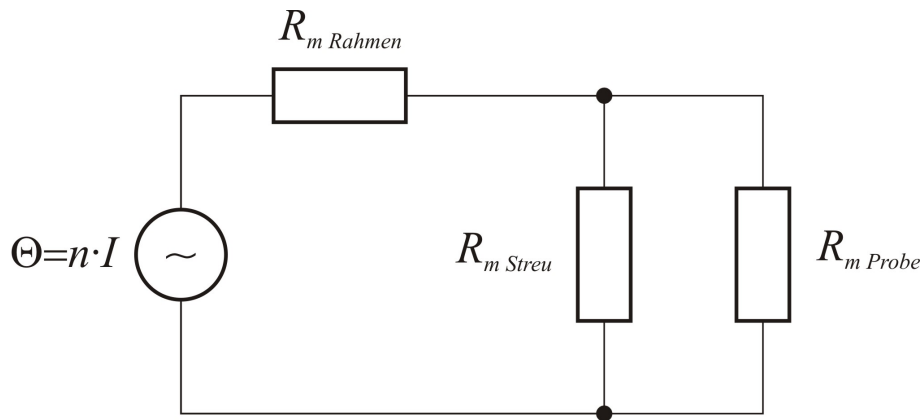


Abbildung 5.16: Ersatzschaltbild für den Messrahmen zur Bestimmung der weichmagnetischen Eigenschaften niederpermeabler Materialien [Cer04]

Die in Kapitel 5.3 bereits theoretisch beschriebene Abhängigkeit der relativen Permeabilitätszahl eines Verbundwerkstoffs von dessen Füllgrad wurde anhand der beschriebenen Messungen und einer Korrelation auf den vorliegenden Füllstoffgehalt unterschiedlich gefüllter Bauteile erarbeitet. Mit der in Kapitel 4.2.7 dargestellten Methode des Materialwechsels wurden eine bestimmte Anzahl unterschiedlich hoch gefüllter stabförmiger Bauteile hergestellt, und ihre Permeabilität wurde auf den Füllgrad korreliert. Der Füllgrad wurde dabei über das gesamte Bauteil gemessen, indem seine Dichte durch die Auftriebsmethode gemessen wurde. Abbildung 5.17 zeigt die Abhängigkeit auf und stellt dar, dass mit zunehmendem Füllgrad an weichmagnetischen Partikeln die gemessene

¹⁸Der Epsteinrahmen stellt das nach IEC 60404-2 geeignete Messverfahren dar. Es handelt sich hierbei um ein vierschenkliges Messspulensystem mit Gegeninduktivität für die Kompensation des Luftflusses.

relative Permeabilität des Bauteils tatsächlich sehr viel schneller ansteigt, als vermutet.

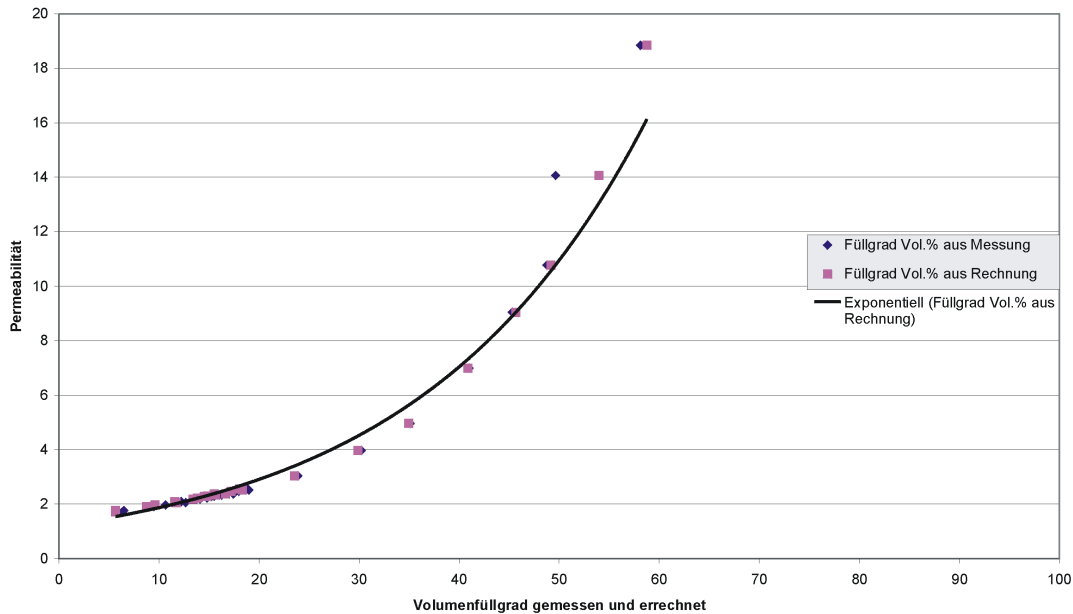


Abbildung 5.17: Abhängigkeit der relativen Permeabilitätszahl von FeSi-PP vom Volumenfüllgrad eines Probekörpers

Werden die Werte aus der theoretischen Betrachtung des Anstiegs der Permeabilität, wie in Abbildung 5.9 dargestellt, mit den Messungen der unterschiedlich gefüllten Rundstäbe verglichen, so ergibt sich der in Abbildung 5.18 gezeigte Verlauf.

Die Messung zeigt neben einer deutlichen Nichtlinearität einen starken Anstieg im Bereich oberhalb 50 Vol.%. Die Ausgleichsgerade dieser Messung liegt knapp unterhalb der theoretischen Annahme der Permeabilität einer Kugelschüttung, welche durch die bereits beschriebene Abhängigkeit $\sqrt[3]{x}$ erzeugt würde. Die Messungen zeigen, dass die relative Permeabilitätszahl von FeSi-PP bei Füllgraden oberhalb von 50 Vol.% stärker ansteigt, als dies durch eine bereits optimistisch angelegte theoretische Betrachtung zu erwarten war.

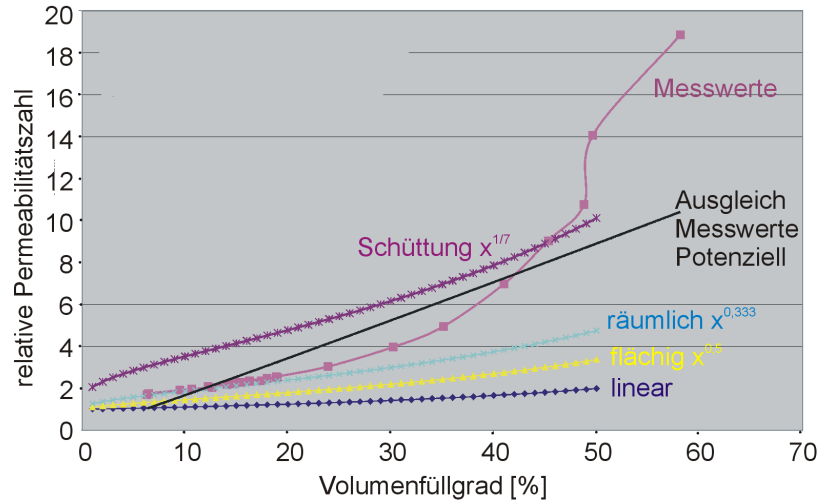


Abbildung 5.18: Vergleich der Messungen der relativen Permeabilitätszahl mit der Theorie über deren Anstieg mit dem Volumenfüllgrad

Zusammenfassend konnte die magnetische Leistungsfähigkeit von hochgefülltem FeSi-PP anhand der Permeabilitätsmessungen beschrieben werden. Es wurde ein Messsystem vorgestellt, welches eine einfache Spritzgießgeometrie mit einer einfachen und schnellen magnetischen Charakterisierung bei sehr guter Aussagekraft verbindet. Für technische Anwendungen ist damit sowohl eine geeignete Probekörpergeometrie, wie auch eine geeignete Messmethode vorgestellt worden.

Die theoretischen Betrachtungen können die Basis für weitere zielführende Untersuchungen darstellen, das Verhalten kleiner Partikel in einem Magnetfeld zu beschreiben. Grundlagen- und anwendungsorientierte Forschungen sind notwendig, um die Phänomene um die magnetische Permeabilität einer Kugelschüttung umfassend zu verstehen.

6 Fazit und Ausblick

In der vorliegenden Untersuchung wurde ein weichmagnetisch hochgefüllter Standard-Thermoplast für den Spritzgießprozess und hinsichtlich seiner Funktion charakterisiert. Die Anwendung berührt ganz unterschiedliche Fachgebiete, so dass ein umfangreiches Bild nur mit Hilfe der Grundlagen metallischer Werkstoffe, Kenntnissen aus der Bindemittelforschung, der Rheologie, selbstverständlich der kunststofftechnischen Prozesse und schließlich der Grundlagen des Elektromagnetismus entstehen konnte. Jederzeit wurde Wert darauf gelegt, die ineinander greifenden Fachgebiete so weit zu beleuchten, dass der Leser ein ausreichendes Bild der Teile und schließlich ein geschlossenes Bild des gesamten Umfangs der Arbeit erhält.

Als Hauptaussage kann zusammengefasst werden, dass ultrahohe Füllungen eines Standard-Thermoplasten durchaus möglich sind, wenn bestimmte Voraussetzungen eingehalten werden. Dann ist auch die schnelle und effektive Formgebung durch Spritzgießen ohne größere Probleme möglich. Es gelingt, deutliche geometrische und funktionelle Vorteile gegenüber einem weichmagnetischen Blechpaket zu erreichen, wie sie z.B. in Elektrokleinmotoren verwendet werden.

Dass der Prozess in der technischen Anwendung zielführend ist, sollte zu weiteren Arbeiten ermutigen. Hierzu gehört zunächst die Klärung der rheologischen Wandgleiteffekte der Schmelze. Die Ergebnisse hieraus sollten zur Optimierung des Spritzgießprozesses beitragen, um gleichmäßig gefüllte Formteile auch bei geringen Wandstärken zu erhalten.

Für mathematische Überlegungen dienlich können die Erfahrungen mit den erreichten Füllgraden sein. Zur Schriftlegung dieser Arbeit wurden an der TU Clausthal Forschungsanstrengungen unternommen, welche die Berechnung einer Kugelschüttung aus einer realen Verteilung heraus zum Ziel hat. Eine Verknüpfung der Fachgebiete Mathematik und Bindemittelforschung ist zu erwarten. Die angestrebten Forschungen gehen dabei weit über das hinaus, was grundsätzlich mit der Fullerkurve beschrieben werden kann. Erste Erfahrungen mit hochgefülltem thermoplastischem Compound könnte bei den Überlegungen hilfreich sein.

Wie sich die Permeabilität in Abhängigkeit vom Füllgrad einer Kugelschüttung aus weichmagnetischen Partikeln ändert, ist qualitativ bisher vollkommen ungeklärt. Je nach Partikelgröße ist es eventuell sogar nötig, die bisherige Betrachtungsweise einer weichmagnetischen Wirksamkeit zu überdenken und zu neuen Ansätzen zu kommen. Weichmagnetisches Compound liefert für solche Forschungen eine messbare Basis.

7 Abkürzungsverzeichnis

| | |
|-------------------|---------------------------------------------|
| a | Partikelabstand, Temperaturleitfähigkeit |
| A | Fläche |
| Abb. | Abbildung |
| app. | appearent |
| B | magnetische Flussdichte |
| BaSO ₄ | Bariumsulfat |
| C | Kohlenstoff |
| c | bezogener Gewichtsanteil |
| CIM | Keramikspritzguss |
| D | Durchmesser (größter) |
| D _e | Deborahzahl |
| D ₀ | Sofortnachgiebigkeit |
| D _d | verzögerte Nachgiebigkeit |
| d | Sieblochweite |
| dt | Erste Ableitung nach der Zeit |
| d ₃₂ | Sauterdurchmesser |
| e | Stegbreite |
| -e | Ladung des Elektrons |
| eff. | effektiv |
| etrx. | Extrusion |
| F | Kraft, als Index: Füllstoff |
| f | Funktion von, Abhängigkeit |
| FeSi | Eisen-Silizium 6,8 |
| G | Schubmodul |
| Gew. | Gewicht |
| gef. | gefüllt |
| H | magnetische Feldstärke, Wasserstoff |
| H _c | magnetische Koerzitivfeldstärke |
| h | Gangtiefe |
| h _ω | Lifshitz-Hamaker-Konstante |
| i | zeitabhängiger Strom im elektrischen Leiter |
| J | magnetische Polarisaton |

| | |
|-------|--------------------------------------------------|
| k | Konstante |
| K_c | Wärmeleitfähigkeit des Compounds |
| K_P | Wärmeleitfähigkeit des Polymeren |
| K_M | Wärmeleitfähigkeit des Metalls |
| KFS | Magnetitmahlfraktion unterhalb 100 μm |
| kr. | kritisch |
| l | Länge |
| lim | mathematischer Grenzwert |
| LCP | Flüssigkristallpolymer |
| M | Matrix |
| m_0 | Masse des Elektrons |
| max. | maximal |
| MEC | Magnetitmahlfraktion unterhalb 200 μm |
| MIM | Metallspritzguss |
| n | Zahl eines Exponenten |
| N | Windungszahl einer Spule |
| P | Polymer |
| p | Druck |
| p_c | Druckkorrekturfaktor |
| PE | Polyethylen |
| PIM | Pulvermetallspritzguss |
| PP | Polypropylen |
| PPS | Polyphenylensulfid |
| PVC | Polyvinylchlorid |
| Q | Volumenstrom |
| R | Radius (größerer) |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| r | Radius (kleinerer) |
| s | scheinbare |
| Susp. | Suspension |
| T_G | Glasübergangstemperatur |
| T_S | Kristallitschmelztemperatur |
| T_E | Erweichungstemperatur |
| t | Zeit |
| V_G | Wandgleitgeschwindigkeit |
| V_i | magnetische Spannung |
| Vol. | Volumen |
| W | Rauminhalt zwischen Schneckenstegen |
| y | Variable |

| | |
|----------------|---------------------------------------------------|
| \hbar | Planksche Konstante |
| α | allgemeiner Winkel |
| γ | Scherung |
| $\dot{\gamma}$ | Schergeschwindigkeit |
| δ | Spaltweite des Radialspaltes der Extruderschnecke |
| Δ | Differenz |
| ϵ | Dehnung in % |
| η | dynamische Viskosität |
| κ | magnetische Suszeptibilität |
| λ | Zeitkonstante |
| μ | magnetische Permeabilität |
| μ_r | relative magnetische Permeabilität |
| ξ | volumetrische Konzentration |
| ρ | Dichte in g/cm ³ |
| τ | Schubspannung |
| ν | kinematische Viskosität |
| φ | Steigungswinkel |

Literaturverzeichnis

- [Ald04] ALDERMAN, NEIL J., HEYWOOD-NIGEL I.: *Making Accurate Slurry Flow Curve Measurements*, CEP Magazine, Mai 2004, S. 35 bis 41, CEP Chemical Engineering, www.cepmagazine.org, 2004.
- [Bar89] BARTH, PETER: *Pulvermetallspritzgießen: Technologie zur Herstellung komplexer metallischer Bauteile*, Reihe Ingenieurwesen Kunststoffverarbeitung, ISBN 3-88585-709-X. TÜV Rheinland, 1989.
- [Bei97] BEITZ, W., GROTHE K.-H.: *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*, 19. Auflage, 1997.
- [Bel97] BELANGER, B. ET.AL.: *Injection Molding and Propertiers of Highly Filled Copper-Polyamide 11 Composites*. Journal Thermoplastic Composite Materials, 10 (Nov 1997), Technomic Publishing Co., Montreal, CAN, 1997.
- [Ben01] BENZLER, T.: *Pulverspritzgießen in der Mikrotechnik*, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, D, ISSN 0947-8620. Doktorarbeit, 2001.
- [Bie89] BIELZER, R.: *Rheologie von Pulvermetallmischungen*. Kunststoffkolloquium IKV Aachen, Beitragsgruppe Spritzgießen, S.71, RWTH Aachen, D, 1989.
- [Bla00] BLACK, WILLIAM B.: *Wall Slip and Boundary Effects in Polymer Shear Flows*, University Of Wisconsin-Madison, USA. Doktorarbeit, 2000.
- [Bol90] BOLL, R.: *Weichmagnetische Werkstoffe*. Vacuumschmelze Hauau, 1990.
- [Bos00] BOSSE, M.: *Untersuchungen mittels einer Korrelationsanalyse der Fertigungsparameter im Spritzgießprozeß auf die Bauteilqualität*, Diplomarbeit. Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal, 2000.
- [Bos04] BOSSE, M. (INSTITUT FÜR POLYMERWERKSTOFFE UND KUNSTSTOFFTECHNIK), CLEMENS F. (EIDGENÖSSISCHE MATERIALPRÜFUNGS-UND FORSCHUNGSANSTALT (EMPA) DÜBENDORF SCHWEIZ): *Ultrahoch gefüllte Thermoplastschmelzen: Erste rheologische Charakterisierungen am Hochdruckkapillarrheometer*. Jahresbericht des Institutes für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal, 2004.
- [Boz68] BOZORTH, RICHARD M.: *Ferromagnetism*. IEEE Press New York USA, 1968.
- [Bru35] BRUGGEMAN, D.A.G.: *Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen*. Annalen der Physik, 24, Seite 636 bis 664, 1935.

- [BW04] B. WEIDENFELLER, M. BOSSE, G. ZIEGMANN: *Polymer Bonded Soft Magnetic Particles*. Materials Science And Engineering A, Volume 370, Issues 1 - 2, 2004.
- [Car97] CARREAU, P.J. ET.AL.: *Rheology of Polymeric Systems - Principals and Applications*. Hanser Verlag, München, 1997.
- [Cer04] CERNAT, RADU: *Messung der magnetischen Eigenschaften niederpermaebler Werkstoffe in Stabform, persönliche Mitteilung*. Lehrstuhl für Hochspannungstechnik und EMV der Universität Dortmund, 2004.
- [Cle04] CLEMENS, FRANK; EIDGENÖSSISCHE MATERIALPRÜF-UND FORSCHUNGSANSTANT DÜBENDORF: *Persönliche Mitteilung über den Einsatz eines Kneters zur Herstellung von hochgefüllten Thermoplastcompounds*, 2004.
- [Dom92] DOMININGHAUS, HANS: *Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften*. Springer Verlag, Berlin, 1992.
- [Dra03] DRACHE, M.: *Simulation der maximalen Packungsdichte aus Siebfractionen des Materials FeSi 6,8 -106m*. Institut für Technische Chemie, TU Clausthal, 2003.
- [Duh94] DUHM, LYDIA: *Fließverhalten und innerer Strukturaufbau von hochgefüllten Klebstoffsystemen im Hinblick auf technische Verarbeitungsprozesse, Universität Hamburg*. Doktorarbeit, 1994.
- [Egg96] EGGERS, H.: *Rheologie gefüllter Kautschukschmelzen, Reihe Berichte Verfahrenstechnik, ISBN 3-8265-1835-7*. Shaker Verlag, Aachen, 1996.
- [Eng00] ENGELSING, KURT: *Einfluss des freien Volumens auf das verarbeitungsabhängige Deformationsverhalten spritzgegossener amorpher Thermoplaste*. Doktorarbeit, 2000.
- [Fra02] FRANSE, MARCEL: *A rheological and structural study of polymer networks*. DUP Delft, NL, ISBN 90-407-2352-4, 2002.
- [Fro94] FROHNE, H.: *Elektrische und magnetische Felder*. B.G. Teubner Verlag Stuttgart, ISBN 3-519-06404-9, 1994.
- [Fuj02] FUJIYAMA, M. ET.AL.: *Structure and Properties of Injection-Molded Polypropylenes with Different Molecular Weight Distributions and Tacticity Characteristics*. Journal of Applied Polymers, 84, 2142-2156 (2002), Wiley, 2002.
- [Fur03] FURUKAWA: *Physical chemistry of polymer rheology*. Springer-Verlag New York, ISBN 4-06-209664-1, 2003.
- [Gei82] GEISBÜSCH, PETER: *Einsatz von Füllstoffen in Thermoplasten*. RWTH Aachen, 1982.

- [Ger97] GERMAN, RANDALL M.: *Injection molding of metals and ceramics*. Metal Powder Industries Ltd., New York, USA, ISBN 1-87895-461-X, 1997.
- [Gle02] GLEISSLE: *Rheologie hochgefüllter Kunststoffe - Suspensionsrheologie*. Lehrstuhl für Kunststofftechnik Universität Erlangen-Nürnberg, ISBN 9-935065-08-6, 2002.
- [GR90] GÄCHTER R., MÜLLER, H.: *Kunststoff-Additive*. Hanser Verlag München, 1990.
- [Gro03] GROEPPPEL, P.: *Weichmagnetische Kunststoff-Verbundwerkstoffe für den Einsatz in elektrischen Maschinen sowie in der Aktorik und Sensorik (KUMAG)*. BMBF 2003, D, 2003.
- [Gup00] GUPTA, RAKESH K.: *Polymer and composite rheology*. Plastics Engineering 58, Marcel Dekker AG, Basel, CH, ISBN 0-8247-9922-4, 2000.
- [Hah01] HAHLBOHM, EIKE N.: *Verarbeitungs- und Materialuntersuchungen an mineralisch gefüllten Polymeren mit unterschiedlichen Füllgehalten, Dipomarbeit, Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik TU Clausthal*, 2001.
- [Hak00] HAKEN, H., WOLF H.C.: *Atom- und Quantenphysik*. Springer Verlag Berlin, ISBN 3-540-67453-5, 2000.
- [Has62] HASHIN, Z., SHTRIKMAN S.: *A Variational Approach to the Theory of the Effective Magnetic Permeability of Multiphase Materials*. Journal of Applied Physics, Vol.33, Number 10, 10/62, 1962.
- [Hel01] HELBIG, J., SCHÖNHOLZER U.: *Grundzüge der Keramik, Vorlesungsskript ETH Zürich, Professur für Nichtmetallische Werkstoffe*, 2001.
- [Hen89] HENSEN, F.; KNAPPE, W.; POTENTE H.: *Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik I (Grundlagen)*. Hanser-Verlag, München, 1989.
- [Hoc97] HOCHSTEIN, B.: *Rheologie von Kugel- und Fasersuspensionen mit viskoelastischen Matrixflüssigkeiten, Universität Karlsruhe*. Doktorarbeit, 1997.
- [Hof01] HOFFMANN: *Seminar Extrusionstechnik, BASF Ludwigshafen, Vortrag am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der TU Clausthal*, 2001.
- [Hol95] HOLLEMANN, A.F. UND WIBERG, E.: *Lehrbuch der anorganischen Chemie*. De Gruyter, Berlin, ISBN 3-11-012641-9, 1995.
- [Hor99] HORNSBY, P.R.: *Rheology, Compounding and Processing of Filled Thermoplastics*. Advances in Polymer Science, Vol. 139, Springer Verlag Berlin, Brunel Uni, Uxbridge, 1999.
- [Jis99] JISCHA, M.: *Rheologie, Skriptum zur Vorlesung*. TU Clausthal, 1999.

- [Joh92] JOHANNABER, F.: *Kunststoff-Maschinen-Führer*. Hanser-Verlag, München, ISBN 3-446-16292-5, 1992.
- [Joh02] JOHANNABER, F., MICHAELI W.: *Handbuch Spritzgießen*. Carl Hanser Verlag München, 2002.
- [Kat78] KATAOKA, T. ET.AL.: *Viscosity of Particle Filled Polymer Melts*. Rheologica Acta, 17 (1978), 149 bis 155, 1978.
- [Kno96] KNOTHE, JÜRGEN MARTIN: *Elektrische Eigenschaften von spritzgegossenen Kunststoffformteilen aus leitfähigen Compounds*. Doktorarbeit, 1996.
- [Kok01] KOKE, J.: *Rheologie teilerstarrter Metalllegierungen*. Fortschritt-Berichte Werkstofftechnik, 2001.
- [Kul86] KULICKE, W.-M.: *Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen*. Hüthig und Wepf, Basel, 1986.
- [Lal92] LALL, CHAMAM: *Soft Magnetism - Fundamentaly for Powder Metallurgy and Metal Injection Molding*. Metal Powder Industries Federation, New Jersey, USA, ISBN 1-878954-17-2, 1992.
- [Lar99] LARSON, R.G.: *The structure and rheology of complex fluids*. Oxford Press, New York, USA, ISBN 0-19-512197-X, 1999.
- [Leg96] LEGER, L., HERVET H. MASSEY G. LABORATOIRE DE PHYSIQUE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE PARIS F: *Slip at the wall*. Rheology for polymer melt processing, Rheology Series 5, Elsevier, Amsterdam, NL, ISBN 0-444-82236-4, 1996.
- [Lic92] LICHTMANN, F.: *Fließverhalten von Ferritsuspensionen*, Universität Dortmund, Reihe Verfahrenstechnik Shaker Verlag Aachen, ISBN3-86111-227-2. Doktorarbeit, 1992.
- [Maa98] MAAR, B.: *Nicht-Newtonsche Fluide: Mehrgitterverfahren für Bingham-Strömungen*. Universität Stuttgart, 1998.
- [Mac94] MACOSKO, C.W.: *Rheology Principals, Measurements and Applications*. Doktorarbeit, 1994.
- [MB03] M. BOSSE, B. WEIDENFELLER, G. ZIEGMANN: *Optimierung der Spritzgießparameter für gefüllte und hochgefüllte Thermoplaste*. TU Clausthal, 2003.
- [MB04] M. BOSSE, G. ZIEGMANN: *Kunststoffe mit weichmagnetischen Eigenschaften*. IQ-Journal, VDI / VDE Bezirksvereine Braunschweig, 2004.
- [Men79] MENGES, G. ET.AL.: *Verbesserung der Fließfähigkeit hochgefüllter Formmassen beim Spritzgießen, Extrudieren und Beschichten mittels Rakel*. Westdeutscher Verlag, Opladen, ISBN 3-531-02897-9, 1979.

- [Mez02] MEZGER, T.G.: *The rheology handbook: for users of rotational and oscillation rheometers*. Vincentz, Hannover, ISBN 3-87870-745-2, 2002.
- [Moo31] MOONEY, M.: *Explicit Formulas For Slip and Fluidity*. Journal Of Rheology, 1931.
- [Mor01] MORRISON, F.A.: *Understanding Rheology*. Oxford Press, NY, USA, ISBN 0-19-514166-0, 2001.
- [Nic98] NICKEL, S.: *Prozessanalyse beim Keramikspritzgießen, Universität Erlangen-Nürnberg, ISBN 3-931864-05-7*. Doktorarbeit, 1998.
- [N.N98] N.N.: *Deutsche Norm: Bestimmung der magnetischen Eigenschaften von weichmagnetischen Werkstoffen*. DIN Berlin, 1998.
- [N.N01] N.N.: *Kunststoff- und Gummimaschinen, Ein Portrait der Branche*. VDMA, Verein Deutscher Maschinen- und Anlagenhersteller, 2001.
- [N.N03a] N.N.: *Definition des Ferromagnetismus, Wikipedia, freie Web-Enzyklopädie, <http://de.wikipedia.org/>*, 2003.
- [N.N03b] N.N.: *Materialdatenblatt Eisensilizium 6,8 -106µm, Höganäs Coldstream Division, Belgium S.A.*, 2003.
- [N.N03c] N.N.: *Partikelgrößenanalyse Eisensilizium 6,8; Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, TU Clausthal*, 2003.
- [N.N03d] N.N.: *Rheologisches Verhalten polymerer Flüssigkeiten*. ETH Zürich, Vorlesungsskript Polymere II, Polymerphysik, 2003.
- [N.N04a] N.N.: *Datenblatt DOW H734-52RNA PolyPropylene RESiN, DOW Chemicals Inc.*, 2004.
- [N.N04b] N.N.: *Datenblätter der Clariant Deutschland GmbH, Quelle: <http://pa.clariant.com/>; Produktfinder, Clariant Deutschland GmbH*, 2004.
- [N.N04c] N.N.: *Die Fuller-Kurve; das Prinzip der Herstellung von Beton*. Euroquarz GmbH Dorsten, 2004.
- [N.N04d] N.N.: *Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene, Technische Universität Darmstadt*, 2004.
- [N.N04e] N.N.: *The Pitch Drop Experiment, University of Queensland, Australia, <http://www.physics.uq.edu.au/pitchdrop/pitchdrop.shtml>*, 2004.
- [OR200] *Polymer Bonded Magnets 2000*, 2000.
- [Pah95] PAHL, M.: *Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere*. VDI Düsseldorf, 1995.

- [Pei03] PEIER, DIRK: *Persönliche Mitteilung aus dem Lehrstuhl für Hochspannungstechnik und EMV der Universität Dortmund*. 2003.
- [Pei05] PEIER, D.: *persönliche Mitteilung*, 2005.
- [Pla70] PLAJER, O.: *Praktische Rheologie für Kunststoffschmelzen: Einleitung, thermische Eigenschaften von Kunststoffen, rheologisches Verhalten von Kunststoffschmelzen, rheometrische Betrachtungen...*, Die Kunststoffbücherei. Zechner und Hühig, Speyer, ISBN 3-87927-011-2, 1970.
- [Pö91] PÖLLMANN, K.: *Herstellung polymerumhüllter Metallpulver und ihre Anwendung als Füllstoffe in Kunststoffmatrizes*, Universität München. Doktorarbeit, 1991.
- [Poh03] POHL, M., SCHUBERT H.: *Dispergieren und Desagglomerieren von Nanopartikeln mit Ultraschall, Schwerpunktprogramm 1062 der DFG, Institut für Lebensmittelverfahrenstechnik, Universität Karlsruhe*, 2003.
- [Rau01] RAUWENDAAL, CHRIS: *Polymer Extrusion*. Hanser-Verlag München, ISBN 3-446-21774-6, 2001.
- [Reh02] REHER, E.-O.: *Zur Rheologie von Polymerschmelzen*. Sitzungsberichte der Leibniz-Sozietät, Berlin, ISBN 3-89626-316-1, 2002.
- [Ret91] RETTING, W.: *Kunststoff-Physik*. Hanser-Verlag, München, 1991.
- [Ret92] RETTING, W.: *Mechanik der Kunststoffe: die mechanischen Eigenschaften*. Hanser Verlag, München, 1992.
- [Ric99] RICHTER, E.: *Gleitmittel*. Kunststoffe, 89, 1999.
- [Rö04] RÖHR, C.: *Chemie der Metalle, Vorlesung an der Universität Freiburg*. Universität Freiburg, 2004.
- [Rot95] ROTHON, R.: *Particulate-filled polymer composites*. Polymer Science and Technology, ISBN 0-582-08782-1, 1995.
- [RWF04] REINHOLD WIMBERGER-FRIEDL, CECILE AURELLE: *The problem of quantifying slip in highly-filled systems*. Philips Research, The Netherlands, 2004.
- [Sar04a] SARASA, M., KASTINGER G. (ROBERT BOSCH GMBH BÜHL ABTEILUNG FAHRZEUGELEKTRONIK) BOSSE M. ZIEGMANN G. GERLING D.(INSTITUT FÜR ELEKTRISCHE ANTRIEBSTECHNIK UNIVERSITÄT DER BUNDESWEHR MÜNCHEN): *Plastic Moulded Soft Magnetic Materials for Electrical Machines*. Czech - Polish Conference on Low Voltage Electrical Machines, 15. und 16. November 2004, Brno - Slapanice, Czech Republic, 2004.

- [Sar04b] SARASA, M., KASTINGER G. (ROBERT BOSCH GMBH BÜHL AB-
TEILUNG FAHRZEUGELEKTRONIK) BOSSE M. ZIEGMANN G. GERLING
D.(INSTITUT FÜR ELEKTRISCHE ANTRIEBSTECHNIK UNIVERSITÄT DER
BUNDESWEHR MÜNCHEN): *Soft Magnetic Materials for Electrical Machines*.
2004.
- [Sch93] SCHERER, ROGER: *Charakterisierung des Zwischenlagenabgleitens beim
Thermoformen von kontinuierlich faserverstärkten Polypropylen-Laminaten*.
VDI, Düsseldorf, 1993.
- [Sch04a] SCHMIDT, M.: *Rheologische Eigenschaften hochgefüllter Kunststoffe, in:
Kunststoffgebundene Dauermagnete*. Springer-VDI Verlag Düsseldorf, ISBN
3-935065-16-7, 2004.
- [Sch04b] SCHRAMM, G. ET.AL.: *Einführung in Rheologie und Rheometrie*. Thermo
Haake, Karlsruhe, 2004.
- [She99] SHENOY, A.V.: *Rheology of filled polymer systems*. Kluwer, Dordrecht, NL,
ISBN 0-412-83100-7, 1999.
- [SK78] SCHULZE-KADELBACH, R.: *Fließverhalten gefüllter Polymerschmelzen, RW-
TH Aachen*. Doktorarbeit, 1978.
- [Sof01] SOFIAN, N.M., RUSU M.: *Metal Powder-Filled Polypropylene Composites -
V- Thermal Properties*. Journal Thermoplastic Composite Materials, 14 (Jan
2001), Technomic Publishing Co., Iasa, RUM, 2001.
- [Ste84] STEINBACH, GUNTER (HRSG.): *Mineralien*. Mosaik Verlag München, ISBN
3-576-10561-1, 1984.
- [Sti95] STIESS, M.: *Mechanische Verfahrenstechnik*. Springer Verlag Berlin, 1995.
- [Sti01] STITZ, S., KELLER W.: *Spritzgießtechnik*. Carl Hanser Verlag München,
ISBN 3-446-21401-1, 2001.
- [Tan02] TANNER, R.I.: *Engineering rheology*. Oxford Engineering Science Series, USA,
ISBN 0-19-856473-2, 2002.
- [Ver97] VERHAS, J.: *Thermodynamics and rheology*. Kluwer, Dordrecht, NL, 0-7923-
4251-8, 1997.
- [Vla03] VLACHOPOULOS, JOHN; STRUTT, DAVID: *The Role of Rheology in Polymer
Extrusion*. Department of Chemical Engineering McMaster University Hamil-
ton, Ontario, Canada, 2003.
- [Wan99] WANG, T.J., YOON C.K.: *Effects of Process Conditions on Shrinkage and
Warp in the Injection Molding Process*. Americal Society of Plastics, Green-
wich, USA, 1999.

- [Web93] WEBER, F., SCHEIBNER P.: *Herstellung von Formteilen durch Metallpulverspritzgießen unter besonderer Beachtung spezieller Probleme des Formgebungsprozesses und der Rheologie von Metallpulver-Binder-Mischungen*, Technische Universität Chemnitz-Zwickau. Doktorarbeit, 1993.
- [Wei03] WEIDENFELLER, B., ZIEGMANN G. BOSSE M.: *Magnetisch gefüllte Kunststoffe, Abschlussbericht, DFG-Förderkennzeichen WE- 2569/1-1, Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal*, 2003.
- [Wel85] WELTER, H.-J.: *Untersuchungen zur Rheologie dispers-plastischer Materialien und deren Fließverhalten in flachen Schneckengängen*. Doktorarbeit, 1985.
- [Wen02] WENGELER, ANNEMARIE: *Herstellung, Verarbeitung und Charakterisierung hochgefüllter Thermoplastcompounds – Fe_3O_4 in Polypropylenmatrix* - Diplomarbeit am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, 2002.
- [Wii04] WIİK, IVAR: *Methode des Materialwechsels*, Studienarbeit am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal, 2004.
- [Wol97] WOLFF, INGO: *Maxwellsche Theorie; Grundlagen und Anwendungen*, 1997.
- [Wol03] WOLCOTT, MICHAEL P.; TIEQI, LI: *A Rheology Study of HDPE-Maple Composites*. Wood Materials and Engineering Laboratory Washington State University, 2003.
- [Wol04] WOLTER: *Skriptum Baustofflehre, Institut für Nichtmetallische Anorganische Werkstoffe*. TU Clausthal, 2004.
- [Wor00] WORTBERG, J., SCHMACHTENBERG E.: *Einführung in die Kunststofftechnik*. Universität Kassel, 2000.
- [Xin96] XING, ZHIJIE: *Verarbeitung, Struktur und Eigenschaften von hochgefüllten teilkristallinen Thermoplasten, Reihe Kunststoff-Forschung, Technische Universität Berlin, ISBN 3-7983-1675-9*. Doktorarbeit, 1996.
- [Zai97] ZAIAD, G.: *Untersuchungen zur Rheologie von Emailschlickern*, Universität Halle. Doktorarbeit, 1997.

Stichwortverzeichnis

- Abbau
 - thermischer, 61
 - von Polymeren, 74
- Additive, 31
- Additivzusammenstellung, 33
- Akzeptormechanismus, 31
- Ankerpaket, 84
- Antiferromagnetismus, 102
- Antioxidans, 31
- Ausblühungen, 32
- Auswerfer, 81
- Bagley-Korrektur, 50
- Baustoffindustrie, 22
- Bindersysteme, 28
- Bindung
 - adhäsive, 48
- Bingham-Verhalten, 49
- Blochwand, 99
- Carreau, 41
- Chelatbildner, 32
- Chemikalienbeständigkeit, 30
- Compoundierextrusion, 61
- Curietemperatur, 25, 99
- Dehnströmung, 77
- Diamagnetismus, 102
- Diamine, 32
- Dichteunterschiede, 19
- Differentialwaage, 70
- Dilatanz, 41
- Dispersion
 - fließfähige, 60
- Domänenwand, 99
- Donormechanismus, 31
- Doppelschneckenextruder
 - gleichläufiger, 62
- Doppelschneckenextruder
 - gegenläufiger, 63
- Drehmomentanstieg, 68
- Druckstoß
 - beim Extruder, 68
 - beim Spritzgießen, 80
- Druckströmung, 63
- Durchflutungsgesetz, 100
- Eigenfarbe, 31
- Einfallstellen, 82
- Einspritzgeschwindigkeit, 76
- Einzugszone
 - bei Spritzgießmaschinen, 74
 - beim Extruder, 67
- Eisen-Silizium 6,8, 23
- Elastomer, 37
- Elektromotor, 84
- Elektronenspin, 98
- Elementaufbau
 - beim Extruder, 67
- Entbinderung, 28
- Entbinderungszeit, 29
- Entformung, 81
- Entformungsschräge, 81, 82
- Epsteinrahmen, 117
- Ersatzschaltbild
 - vom magnetischen Messsystem, 118
- Erstarrungslinie, 86
- Extruderschnecke, 62
- Fahrzeugbereifung, 37
- Ferrimagnetismus, 103
- Ferromagnetismus, 99, 103
- FeSi-PP

- magnetische Charakterisierung, 116
- Feststoffeinzug
 - bei Spritzgießmaschinen, 74
 - beim Extruder, 65
- Filmscharnier, 84
- Fließfähigkeit, 48
- Fließfront beim Spritzgießen, 77
- Fließhilfsstoffe, 29
- Fließwegänderungen, 93
- Fluidfilm, 51
- Formzuhaltekraft, 78
- Fullerkurve, 22
- Fullerverteilung, 26
- Förderelement, 65
- Füllgrad
 - Abhängigkeit der Permeabilität, 107
- Füllgradumrechnung, 19
- Füllpunkt, 78
- Füllstoffgehalt, 17
- Füllstoffverteilung, 19
- Füllstudie, 80
- Glasfasern, 61
- Glasübergangstemperatur, 29
- Gleichfeld
 - magnetisches, 106
- Gleitmittel, 32
 - externe, 32
 - interne, 32
- Gleitströmungsanteil, 51
- Gratbildung, 80
- Grenzbereich
 - der Extrusion, 68
- Grünling, 28
- Hartmagnet, 103, 104
- Heraklit, 35
- Hinterschneidungen, 82
- Hochtemperaturkunststoffe, 30
- Hostanox, 33
- Hydrolyseneigung, 31
- Hydroperoxide, 31
- Hydroperoxidzerstörer, 31
- Hystereseschleife, 103
- Immobilisierung, 48
- Induktionsgesetz, 101
- Katalysatorwirkung
 - von Metallen, 32
- Kautschukschmelze, 37
- Keramikspritzgießen, 28
- Kerbschlagzähigkeit, 30
- Kernströmung, 51
- Kettenspaltung, 31
- Kissing Number Problem, 21
- Klebstoffsystem, 41
- Kneter, 19, 61, 64
- Knetscheibe, 65
- Kopfflansch, 68
- Kornformen, 17
- Korngrößenverteilung, 23, 49
- Korrekturen
 - der rheologischen Messungen, 50
- Korrosionsschutzmittel, 33
- Kreisring, 82, 107
- Kriechen, 35
- Kämmen, 63
- Lackdraht, 30
- Licowax, 33
- Luftpalt, 108
- Läufer
 - des Elektromotors, 84
- Magnetismus, 98
- Magnetostriktion, 25
- Makroalkylradikale, 31
- Masterbatch, 61
- Materialanhäufung, 82
- Materialwechsels
 - Methode des, 89
- Maxwellsche Gleichung
 - Materialgleichungen, 101
 - vierte, 101
- Maxwellsche Gleichungen, 100
- Messdüse, 54
- Messrahmen
 - zur Bestimmung der Permeabilität, 117

- Metalldesaktivatoren, 32
- Metallkontakt, 32
- MFI, 53
- Mischvorgang, 64
- Molmassenabnahme, 31
- Moment
 - magnetisches, 98
- Mooneykorrektur, 51, 52
- Nachdruck
 - beim Spritzgießen, 80
- Nanopartikel, 18
- Netzwerk
 - physikalisches, 49
- Niederpermeable Materialien, 117
- Nulldüse, 54
-
- Oberflächenenergie, 48
- Oxidation von Polypropylen, 31
- Oxidationsreaktion, 31
-
- p-v-T-Diagramm, 86
- Packungsdichte, 20
- Paramagnetismus, 102
- Partikelform, 46
- Partikelgrößenverteilung
 - funktionale Anforderungen, 26
- Partikelüberlappung, 27
- Pauli-Prinzip, 99
- PDMS, 59
- Pechtropfenexperiment, 35
- Peripherie
 - des Extruders, 70
- Permeabilität
 - Abhängigkeit der Korngrößenverteilung, 115
 - des Füllstoffes, 111
 - Füllgradabhängigkeit, 109
 - magnetische, 101
- Permeabilitätszahl, 102
- Pfropfenströmung, 51
- Phenole, 32
- Phosphite, 31
- Pitch Drop Experiment, 35
- Plancksche Konstante, 98
-
- Plastifizieren
 - im Extruder, 64
 - in der Spritzgießmaschine, 75
- Plastifizierkombination, 66
- Polyacetale, 28
- Polyethylen, 29
- Polymere
 - präkeramische, 29
- Polypropylen, 29, 49
- Prozessparameter
 - Spritzgießen von FeSi-PP, 89
- Pulvermetallspritzgießen, 17
- Pulverspritzgießen, 28
-
- Quellenfreiheit
 - des Magnetfeldes, 101
-
- Rabinowitsch-Korrektur, 50
- Radienverhältnisse, 20
- Randschicht, 77
- Raumerfüllungsgrad, 20
- Relaxationszeit, 42
- Rheologie, 35
- Rieselfähigkeit, 74
 - von Compounds, 70
- Rundstab, 82
-
- Sandostab, 33
- Sauerstoffaufnahme, 32
- Scherenergie, 62
 - Dissipation, 65
- Schergeschwindigkeit, 39, 42, 49, 50
- Schergeschwindigkeitsprofil, 77
- Scherrate
 - scheinbare, 52
- Scherverdünnung, 41, 51
- Schleppströmung, 63, 64
- Schmelzindex, 30, 53
- Schneckengeometrie, 62
- Schneckenlänge
 - bei Spritzgießmaschinen, 74
- Schneckensteg, 62
- Schneidmühle, 67
- Schulterstab, 82
- Schwindung, 81, 86

- beim Spritzgießen, 75
- Schüttdichte, 18, 25
 - Simulation, 27
- Schüttdichte paradoxon, 18
- Selbstreinigungswirkung, 63
- Siebanalyse, 27
- Siebfraktionen, 22
- Silizium, 25
- Simulationsraum, 27
- Sinterschrumpf, 29
- Spaltbreite, 49
- Spaltweite, 62
- Spannungsrissempfindlichkeit, 29
- Spritzdruck, 78
- Spritzgieß-Bauteile
 - dickwandige, 89
 - dünnwandige, 89
- Spritzgießen, 61
 - Fließfrontausbildung, 77
- Spritzgießmaschine
 - Antriebskonzept, 73
 - Einzugszone, 74
 - elektrische, 73
 - hybride, 73
 - Plastifiziereinheit, 74
 - Schließeinheit, 73
 - Verfahrensablauf, 75
 - vollhydraulische, 73
- Spritzgießwerkzeug, 82
- Spritzguss, 48, 71
- Standardkunststoffe, 30
- Staudruck, 75
- Steigungswinkel, 62
- Strangaustrag, 70
- Streckspannung, 30
- Suspension, 37, 46
- Suszeptibilität, 101
- Sättigungsinduktion, 104
- Temperaturabhängigkeit
 - des Moduls, 37
- Thermostabilität, 31
- Transformatorblech, 25
- Transformatorbrummen, 25
- Translationsbewegung, 63
- Treibmittel, 66
- Ultraschall, 17
- Ummagnetisierungshysterese
 - von FeSi-PP, 116
- unimodale Verteilung, 21
- Vakuolen, 82, 87
- Verarbeitung
 - materialschonende, 62, 63
- Verarbeitungshilfsstoffe, 31
- Verspannungsschaubild, 78
- Verweilzeit
 - im Extruder, 68
 - in der Spritzgießmaschine, 74
- Viskosimetrie, 39, 50
- Viskosität
 - dynamische, 39
 - kinematische, 39
 - relative, 48
- Volumenfüllgrad, 47
- Wandgleiten, 51
- Wandgleitgeschwindigkeit, 52
- Wandhaften, 50
- Warmformbeständigkeit, 29
- Wasseraufnahme, 30
- Wechselfeld
 - magnetisches, 106
- Wechselwirkung, 48, 49
- Weichmagnetische Eigenschaften, 103
 - Messung der, 106
- Weissenberg-Korrektur, 50
- Weiß'sche Bezirke, 99
- Zahnscheiben, 66
- Zeitabhängigkeit
 - des Moduls, 37
- Zerkleinerung, 67

8 Curriculum Vitae

| | |
|---------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Name | Michael Bosse |
| geboren am | 06. Dezember 1969 |
| in | Braunschweig |
| Familienstand | verheiratet, ein Kind |
| Ausbildung | Allgemeine Hochschulreife am Fachgymnasium Technik der Berufsbildenden Schulen Nordhorn. Studium des Maschinenbaus an der TU Clausthal, Fachrichtung Energiesystemtechnik Abschluss Diplomingenieur Juni 2000. |
| Berufliche Laufbahn | Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der TU Clausthal ab Juni 2000. |

- Veröffentlichungen B. Weidenfeller, M. Bosse, G. Ziegmann
Polymer Bonded Soft Magnetic Particles
Materials Science And Engineering A, Volume 370
Issues 1 - 2, Bilbao, Spain, 2004
- M. Bosse, B. Weidenfeller, G. Ziegmann
Optimierung der Spritzgießparameter für gefüllte und hochgefüllte Thermoplaste
Jahresbericht des Institutes für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik
Clausthal-Zellerfeld, 2003
- M. Bosse, G. Ziegmann
Verarbeitung metalloxidpartikel-hochgefüllter Thermoplaste durch Spritzgießen
Technologietag für Werkzeugbau und Kunststoffverarbeitung
Stieler Kunststoff Service GmbH
Goslar, 2003
- M. Bosse, B. Weidenfeller, G. Ziegmann
Einfluss der Prozessbedingungen des Spritzgießens auf die Eigenschaften von Metall-Polymer-Verbundwerkstoffen
Hannover Messe Werkstoff Forum
Hannover, 2003
- M. Bosse, B. Weidenfeller, G. Ziegmann
Extrem hoch gefüllte thermoplastische Systeme; eine Verarbeitungsstudie
DKI Institutskolloquium Darmstadt
Darmstadt, 2003
- M. Bosse, L. Frommann, G. Ziegmann
Innovative Spritzgießtechnologie zur Papierverarbeitung
Stoffliche Verwertung nachwachsender Rohstoffe
Chemnitz, 2002
- M. Bosse, L. Frommann, L. Peters, G. Ziegmann
Anleitung zur schnellen Pannenhilfe
Kunststoffe 10/2004

- Veröffentlichungen M. Bosse, G. Ziegmann
Kunststoffe mit weichmagnetischen Eigenschaften
IQ-Journal, VDI / VDE Bezirksvereine Braunschweig
Ausgabe 3 / 04, 2004
- S. Kirchberg, G. Ziegmann, L. Frommann, M. Bosse,
S. Niemeyer
Papierspritzgießen
Messe Erfurt, 2003
- M. Bosse, L. Frommann, G. Ziegmann
*Verfahrenskonzept zur Verarbeitung fasergefüllter Suspensionen
mittels Schneckenmaschinen*
Narossa 2001, Magdeburg
- S. Markus, G. Ziegmann, M. Bosse, U. Breuer, K. Edelmann
*Thermoplastic Layers Upon Thermoset Composites -
A Material Characterization*
EURADH 2004, 7th European Adhesion Conference
Freiburg, 2004
- F. Clemens, M. Bosse
*Ultrahoch gefüllte Thermoplastschmelzen: Erste rheologische
Charakterisierungen am Hochdruckkapillarrheometer*
Jahresbericht des Institutes für Polymerwerkstoffe und
Kunststofftechnik
Clausthal-Zellerfeld, 2004

Ω